

THÈSES

PRÉSENTÉES

A LA FACULTÉ DES SCIENCES
DE L'UNIVERSITÉ DE PARIS

POUR OBTENIR

LE TITRE D'INGÉNIEUR-DOCTEUR

PAR

R. ANGIBAUD

Diplômé de l'École Nationale Supérieure de Chimie de Paris
Licencié es-Sciences - Licencié en Droit

1^{re} THÈSE

DE L'UTILISATION DE DIVERSES PLANTES COLONIALES DANS LA FABRICATION
DES PÂTES À PAPIER

2^{re} THÈSE

PROPOSITION DONNÉE PAR LA FACULTÉ

L'EFFET PEROXYDE

Soutenues le 16 Décembre 1947 devant la Commission d'examen

Jury { MM. DUPONT
VAYON
CHAMPETIER

Président

Examineurs

1947

FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE PARIS

Doyen J. CABANNES

PROFESSEURS

L. BLARINGHEM.	T	Botanique.	VALIRON	T	Calcul différentiel et Calcul intégral.
G. JULIA.	T	Analyse supérieure et Algèbre supérieure.	BARRABÉ		Géologie structurale et géologie appliquée.
C. MAUGUIN	T	Minéralogie.	VAYON	T	Analyse et mesures chimiques.
A. MICHEL-LÉVY	T	Petrographie.	G. DARMOIS.	T	Mathématiques générales.
A. DENJOY.	T	Géométrie supérieure.	CHATTON	T	Biologie maritime.
L. LUTAUD.	T	Géographie physique et géologie dynamique.	ACBEL		Chimie biologique.
E. DARMOIS.	T	Enseignement de Physique.	Jacques BOURCART.		Géographie physique et Géologie dynamique.
Robert LÉVY	T	Physiologie comparée.	M ^{me} JOLIOT-CURIE.		Physique générale et Radioactivité.
Henri VILLAT.	T	Mécanique des fluides et applications.	PLANTEFOL	T	Botanique.
Ch. JACOB	T	Géologie.	CABANNES	T	Recherches physiques.
P. PASCAL	T	Chimie générale.	GRASSE.	T	Zoologie (Evolution des êtres organisés).
M. FRÉCHET	T	Calcul des probabilités et Physique mathématique.	PRÉVOST		Chimie organique.
E. ESCLANGON	T	Astronomie.	BOULIGAND.		Mathématiques.
M ^{me} RAMART-LUCAS.	T	Chimie organique.	CHAUDRON		Chimie.
H. BÉGHIN	T	Mécanique physique et expérimentale.	WYART.		Minéralogie.
FOCH.	T	Mécanique expérimentale des fluides.	TEISSIER	T	Zoologie.
PAUTHÉNIER	T	Electrotechnique générale.	MANGENOT	T	Biologie végétale.
DE BROGLIE	T	Théories physiques.	P. AUGER	T	Physique quantique et relativité.
CHRÉTIEN.		Optique appliquée.	MONNIER.		Physiologie générale.
JOB	T	Chimie générale.	PIVETEAU.		Géologie.
PRENANT.	T	Anatomie et Histologie comparées.	ROCARD		Physique.
VILLEY.	T	Mécanique appliquée.	H. CARTAN.		Calcul différentiel.
COMBES.	T	Physiologie végétale.	SCHAEFFER.	T	Physiologie des fonctions.
GARNIER	T	Application de l'analyse à la Géométrie.	LAFFITTE.		Chimie (P.C.B.).
PÉRÈS	T	Mécanique rationnelle.	LERAY		Mécanique théorique des fluides.
HACKSPILL.	T	Chimie minérale.	FAVART.		Calcul des probabilités et Physique-Mathématique.
LAUGIER	T	Physiologie générale.	COULOMB.	T	Physique du globe.
TOUSSAINT		Technique Aéronautique.	M ^{lle} COUSIN.		Biologie animale (P.C.B.).
M. CURIE.		Physique (P.C.B.).	CHRÉTIEN.		Analyse et mesures chimiques.
G. RIBAUD	T	Hautes températures.	DRACH		Evolution des êtres organisés.
CHAZY	T	Mécanique analytique	CHATELET.	T	Arithmétique et théorie des nombres.
GAULT	T	Chimie appliquée.	EPHRUSSI.	T	Génétique.
CROZE	T	Physique théorique et Physique céleste.	WURMSER.	T	Biologie physico-chimique
DUPONT	T	Théories chimiques.	KASTLER		Physique.
LANQUINE	T	Géologie structurale et géologie appliquée.			

Secrétaire CH. MONIER

THÈSES

PRÉSENTÉES

A LA FACULTÉ DES SCIENCES
DE L'UNIVERSITÉ DE PARIS

POUR OBTENIR

LE TITRE D'INGÉNIEUR-DOCTEUR

PAR

R. ANGIBAUD

Diplômé de l'École Nationale Supérieure de Chimie de Paris
Licencié es-Sciences - Licencié en Droit

1^{re} THÈSE

DE L'UTILISATION DE DIVERSES PLANTES COLONIALES DANS LA FABRICATION
DES PATÉS A PAPIER

2^e THÈSE

PROPOSITION DONNÉE PAR LA FACULTÉ

L'EFFET PEROXYDE

Soutenues le 16 Décembre 1947 devant la Commission d'examen

Jury { MM. DUPONT
VAVON
CHAMPETIER

Président.

} Examinateurs.



A mes parents.

A Monsieur le Professeur G. DUPONT
Directeur-adjoint de l'Ecole Normale Supérieure

A Monsieur R. DULOU
Maître de Recherches
Chef de travaux des Laboratoires de Chimie de l'E.N.S.

"Le papyrus, dit Plin, est aussi sujet à manquer. Il y eut, sous le règne de Tibère, une disette de papier, au point qu'il fallut nommer des sénateurs pour en régler la distribution, autrement les relations de la vie auraient été troublées". Oh ! que voilà donc une disette qui viendrait bien à propos ! Mais de telles choses n'arrivaient que sous Tibère et nous n'avons plus à espérer de ces bonheurs-là aujourd'hui.

SAINT-BEUVE

Causeries du Lundi, Tome II.

AVANT-PROPOS

Avant d'exposer les résultats obtenus au cours des travaux dont j'ai été chargé par l'OFFICE DE LA RECHERCHE COLONIALE, je me fais un agréable devoir d'exprimer ma gratitude à toutes les personnes qui m'ont permis de mener à bien cette tâche et qui m'ont facilité l'étude que j'avais entreprise.

Ma reconnaissance et mes remerciements s'adressent tout particulièrement à Monsieur le Professeur DUPONT, Directeur-adjoint de l'Ecole Normale Supérieure, pour l'intérêt qu'il a bien voulu accorder à mon travail et pour le grand honneur qu'il m'a fait en acceptant de présider le Jury de ma thèse. Je me permets d'associer MM. VAVON et CHAMPETIER à ces sincères remerciements.

Qu'il me soit permis de remercier également MM. HEITZMANN, Conseiller Technique de l'Office de la Recherche scientifique Coloniale, CHADEYRON, Directeur aux Usines de la Cellulose du Pin, ARIERT, Directeur des services techniques à l'Ecole Française de Papeterie, ainsi que son collaborateur M. BOUCHAYER, CHIAVERINA, Professeur à l'Ecole Française de Papeterie, ainsi que Monsieur BRISSAUD, Ingénieur-chimiste au Laboratoire Central des Poudres, pour les conseils qu'ils ont bien voulu me donner dans mon travail.

Je suis heureux de pouvoir rappeler aussi le bienveillant accueil qui m'a été réservé dans les Laboratoires de l'Ecole Normale Supérieure ainsi qu'aux Usines de la Cellulose du Pin, à l'Ecole Française de Papeterie, au Laboratoire Central du BOUCHET, tant par leurs dirigeants, notamment MM. DULOU, Chef de travaux aux Laboratoires de l'Ecole Normale Supérieure, CHENE, Directeur-adjoint de l'Ecole Française de Papeterie, RENAUD et THOMAS pour les services de papeterie du Bouchet, que par le personnel assistant qui m'a aidé dans mes travaux avec la plus grande complaisance.

Il m'est enfin particulièrement agréable de souligner le fait que certaines techniques qu'il m'a été donné d'utiliser ont fait l'objet de recherches récentes - emploi du chlorite par Monsieur BRISSAUD dans le dosage de la cellulose, traitement par l'eau de chaux dans la macération des pâtes de paille (Etude de MM. G. BERTRAND et J. DELGA), cuisson des végétaux annuels par le procédé de MM. SEAILLES et de NEYMAN - et je suis reconnaissant à ces auteurs d'avoir bien voulu me conseiller dans l'application de leurs techniques aux végétaux coloniaux.

INTRODUCTION

Rechercher de nouvelles sources de cellulose constitue un problème d'une importance capitale à l'heure actuelle. Ce problème se pose aussi bien dans les industries des textiles artificiels, des matières plastiques et des explosifs, que dans l'industrie papetière. Or, dans le monde, la consommation en papier est toujours allée en croissant et en France, en particulier, nous risquons de rester fort longtemps encore avec une production très inférieure à nos besoins.

Avant la guerre, nos besoins en cellulose nous obligeaient à importer près de 80 % des matières premières nécessaires à la fabrication du papier. Notre consommation en papier avant la guerre était de 30 Kg. par an et par habitant.

A cette époque, il eut été déjà recommandable de rechercher le moyen de se libérer au moins partiellement de cette tutelle étrangère, mais à l'heure actuelle, notre situation économique nous poussant à développer au maximum nos exportations et à limiter le plus possible nos importations, jamais le problème n'a été autant d'actualité.

Les forêts coloniales se prêtent malheureusement assez mal à une exploitation en vue de la fabrication de pâtes à papier. La variété des espèces (800 à 1.000), la pénurie d'eau et de combustible, les difficultés de récupération des réactifs et de l'obtention d'un personnel qualifié, le coût du transport s'opposent à la réalisation de tels projets du moins à l'heure actuelle.

C'est vers l'emploi de végétaux annuels susceptibles de conduire à de hauts rendements en pâte avec l'utilisation de faibles quantités de réactifs que l'on est obligé de se tourner. Cette évolution s'est déjà produite d'ailleurs avant la guerre dans certains Pays (Allemagne, Italie, Argentine). Pour le traitement de ces végétaux, il est possible en effet d'envisager l'utilisation de petites installations peu coûteuses qui pourraient se contenter de ne fournir qu'une demi-pâte susceptible d'être dirigée vers des Usines plus importantes qui les traiteraient en vue de l'obtention de pâtes de plus belle qualité et du blanchiment de celles-ci.

Dans les études que nous avons entreprises, les matières premières utilisées pour la fabrication de pâtes à papier sont de trois espèces différentes, ce sont cependant toutes trois des plantes du type monocotylédome.

Ces trois sources de matières premières sont importantes et en tout cas possibles à développer dans le cas où cela deviendrait nécessaire; les bagasses constituent le résidu d'extraction du sucre des cannes à sucre, elles sont le plus souvent utilisées comme combustible. Dans un livre récent, R.C. HOCKETT nous indique que le département du commerce et de l'industrie aux Etats-Unis a montré que les bagasses ont seule-

ment une valeur de 1,50 \$ par tonne comme combustible et de 75 \$ par tonne comme matière première pour l'industrie du papier.

Les tiges et feuilles de maïs présentent moins d'intérêt bien qu'elles constituent une matière première généralement perdue; malgré la cuisson facile de celle-ci, les difficultés auxquelles se heurtent la fabrication du papier de maïs sont plus aigües que dans le cas des deux autres espèces de végétaux.

Les tiges de sorghos, outre les avantages qu'elles présentent par les faibles quantités de soude et de chlore nécessaires à leur traitement constituent un sous-produit de la fabrication des balais et en Afrique Equatoriale le sorgho fournit, par son grain, la base même de la nourriture de l'indigène; actuellement, il existe en A.O.F. 40.000 Km² de terres recouvertes par des cultures de sorgho. L'intensification de ces cultures ne peut constituer qu'un bien pour la population indigène qui souffre trop souvent encore de disettes périodiques (1).

Les sorghos remplissent au point de vue de l'homogénéité des peuplements, de la facilité du renouvellement, les conditions requises pour une exploitation en vue de la fabrication des pâtes à papier. Le problème le plus délicat serait à l'heure actuelle celui du prix d'achat des tiges. Il faut en effet que l'indigène soit rémunéré convenablement pour qu'il se plie à apporter ses produits à un centre d'achat, et le prix doit être tel qu'il ne grève pas trop lourdement le prix de revient (2).

Les essais que nous avons effectués au Laboratoire et en Usine ont porté sur les matières premières suivantes :

- 1°- Sorghos métropolitains et africains (Soudan)
- 2°- Tiges et feuilles de maïs
- 3°- Bagasses de canne à sucre.

Au laboratoire, deux sortes d'essais ont été effectués avec le procédé à la soude. Dans un premier groupe d'essais nous avons fabriqué des pâtes à partir de la matière première sans en éliminer les parties qui présentent moins d'intérêt au point de vue papetier.

Ces essais ont conduit à des pâtes contenant comme les pâtes de paille un grand nombre d'éléments accessoires qui entraînent des difficultés dans la fabrication :

- 1°- difficulté de filtration et colmatage des tamis
- 2°- augmentation de la longueur de rupture au détriment de la résistance à la déchirure et au pliage.

Nous avons cherché à abaisser le plus possible la quantité de soude employée, ce qui éviterait la nécessité d'une récupération du réactif entraînant des installations coûteuses dont on ne peut envisager l'utilisation aux Colonies. Ces essais ont conduit à des pâtes contenant encore de fortes proportions de lignine.

Dans le second groupe d'essai, nous avons cherché à éliminer la plus grosse partie des éléments accessoires; cette séparation ne peut être complète, mais il n'est pas nécessaire qu'elle le soit; il est utile

(1) - On évalue aux tonnages suivants les quantités de tiges sèches laissées sur le terrain par groupe de colonies :

SENEGAL	1.000.000 tonnes	
SOUDAN	1.250.000	-
GUINEE	125.000	-
COTE-d'IVOIRE	875.000	-
NIGER	1.500.000	-
MAURITANIE	50.000	-
		TOTAL 4.800.000

(2) - Pour des charges arrivant à tête d'homme, il faut compter 2 R. C.F.A. le kilog.

en effet de conserver une partie de ceux-ci pour former ciment entre les fibres. Nous avons également augmenté la proportion de soude utilisée, la lignine ayant en effet une influence défavorable sur la solidité du papier; il n'est toutefois pas question de l'éliminer totalement, il y aurait de trop grands risques d'altération de la cellulose.

Nous donnerons ici les résultats de ces deux groupes d'essais après avoir fait une brève étude micrographique de nos matières premières et des pâtes obtenues.

Dans une autre partie de notre travail, nous avons essayé d'appliquer à nos matières premières des procédés permettant d'obtenir une demi-pâte avec un fort rendement et de récupérer des sous-produits dans les lessives résiduelles (procédé à l'eau de chaux, procédé à l'eau pure sous pression).

Un dernier chapitre enfin sera consacré aux résultats obtenus dans les essais semi-industriels effectués aux Usines de la Cellulose du Pin.

CHAPITRE I

PRÉCÉDENTS TRAVAUX EFFECTUÉS SUR LES PLANTES ANNUELLES ÉTUDIÉES

Nous donnerons un bref aperçu des travaux effectués sur les questions dont nous avons entrepris l'étude. Nous verrons que les bagasses ont fait l'objet de nombreux travaux effectués au Japon et en Amérique. Nous indiquerons également pour les Etats-Unis l'existence de réalisations industrielles récentes sur lesquelles d'ailleurs nous n'avons pu nous procurer tous les renseignements désirés.

Les maïs ont donné lieu également à un assez grand nombre de recherches, et les essais ont conduit à la conclusion que ces deux sortes de végétaux sont très semblables en ce qui concerne les caractéristiques des fibres et les conditions de cuisson nécessaire.

Les sorghos, si ce n'est les sorghos sucriers, n'ont fait l'objet que d'un nombre plus restreint de publications et les études les plus récentes et les plus importantes sur nos sorghos soloniaux ont été effectuées par MM. DUPONT et ESCOURROU (1).

I. BAGASSES

Pratiquement, tous les procédés de préparation de pâtes à papier ont été appliqués aux bagasses de canne à sucre, mais parmi ceux-ci le procédé à la soude occupe une place de choix ainsi que les procédés faisant précéder le traitement sodique d'une préhydrolyse acide; parmi ceux-ci, le procédé nitrique a été spécialement utilisé.

Il est également une question qui a fait l'objet d'un nombre important de brevets, c'est la séparation des fibres de la partie parenchymateuse de ces végétaux; nous reviendrons sur ce point ultérieurement.

- Traitement par la soude :

Voici, sommairement indiqué, quelques essais effectués sur des bagasses.

- (1) I910 : Londres : soude sans pression pendant 12 heures, rendement 45 à 50 %.
- (2) I914 : Traitement par le procédé Simmons : lessivage 5 h. (sous 6 à 7 atmosphères avec 25 % de NaOH par rapport à la matière sèche). Rendement 45 %; pâte facile à blanchir.
- (3) I928 : Angleterre : soude sans pression, la solution sodique contenant également de la potasse ou du CO_3Na^2 .

(1) - Chimie & Industrie, Vol.45, N° 5, Mai 1941 (p.405-416).

- (4) 1929 : Etats-Unis : soude sous pression avec une liqueur contenant 7 à 12 % de soude.
- (5) 1937 : Cuba, prétraitement par SO^2 ; on obtient une pâte à 99,5 % d' α -cellulose.
1939 : Japon
- (6) 1) Soude à 18 % sous une pression de 2,5 à 6 atmosphères, durée : 3 heures, blanchiment plus difficile que par le procédé nitrique.
- (7) 2) Soude à 3 à 4 % sous pression de 5 à 6 atmosphères, durée 2 à 3 heures. Rendement 35 à 37 % soude consommée 15 à 20 % par rapport à la bagasse.
- (8) 3) Soude à 5 % sous pression (145°). Rendement 42 %.
- (9) 4) Soude à 20 % sous 3 atmosphères, durée 2 heures; pâte de très bonne qualité; prétraitement : chauffage 2 heures sous 2 à 6 atmosphères avec H^2O .
- (10) 1941 : à Formose : Soude à 4 % sous 5 atmosphères donnant une pâte à 91,6 % d' α -cellulose.

- Traitement à la soude avec préhydrolyse -

- (II) 1921 : Hydrolyse sulfurique : les conditions les meilleures correspondent à 0,35 à 0,5 % d' SO^4H^2 , le maximum de rendement étant obtenu par un traitement de 15 à 30 minutes. L'abaissement du rendement n'est cependant pas considérable si on maintient le chauffage deux heures sous une pression de 65 lbs par m^2 . On récupère ainsi 36 % de sucre. Par fermentation : rendement (net) en alcool de 8 à 9 %. Les fibres sont ensuite traitées par la soude.
- (12) 1932 : Procédé nitrique :
- 1°- Traitement 3 h. par une solution à 5 % d' NO^3H à la température ambiante.
- 2°- Lavage : traitement 1 heure à 80° par l'eau pure.
- 3°- Traitement par une solution de soude à 2 % (30 à 45 minutes)
- Bon rendement : fibre facile à blanchir. Il suffit de 5 à 6 parties d'acide nitrique à 5 % : 70 à 75 % de l'acide peut être récupéré par lavage. L'acide nitrique dissous dans l'alcool a une action moins destructive sur les constituants hydrocarbonés; le rendement est alors nettement supérieur.
- (13) 1934 : Hydrolyse nitrique : Rendement 32 à 33 % d'une pâte à 92-96 % d' α -cellulose.
- (14) 1935 : 1er traitement : solution alcaline à 0,5 % Na OH.
2ème traitement : solution d' NO^3H à environ 2 %.
3ème traitement : solution alcaline de concentration supérieure à la première.
- (15) 1936 : Hydrolyse nitrique : digestion 2 h. à 95° dans une solution de 3-4 % de NO^3H ; lavage à l'eau. Traitement par une solution à 2 % de NaOH pendant 1 h. à 95°. La consommation en NO^3H atteint 18,7 à 19,4 %. Rendement 37 à 38 % (88,9 % d' α -cellulose) d'une pâte facile à blanchir.
- (16) 1941 : Hydrolyse sulfurique : solution d' SO^4H^2 à 0,023 %, chauffage à 150° pendant 20 minutes. Ensuite traitement par de la soude (12 % par rapport à la bagasse). La pâte obtenue contient 87,5 % d' α -cellulose.
- (17) 1945 : Installation pilote de production de papier à partir des bagasses avec séparation préalable de la moëlle des fibres et traitement de celles-ci par le procédé nitrique. La moëlle était utilisée à la place du bois dans les fabriques de dynamites (Louisiana State University) (Livre récent de R.C. Hockett Directeur scientifique du Sugar Research Foundation).

- Procédé au sulfite -

- (18) 1911 : Obtention d'une pâte facile à blanchir avec 6 à 10 % de chlore. Le rendement est d'environ 40 % et il pourrait être utilisé pour la fabrication de papiers blancs.
- (19) 1923 : Formose : avec addition de CaO ou MgO en proportion variable. Rendement pratique de 50 à 55 % : la pâte étant plus facile à blanchir que dans le cas de l'emploi du sulfite seul.
- (20) 1929 : Japon : a) digestion de courte durée sous pression à la température de 100-115° avec une solution de $(\text{SO}_3\text{H})_2\text{Mg}$ à laquelle on ajoute une petite quantité de SO_3Mg .
b) digestion sous pression à la température de 130-160° d'une durée de 3 à 5 heures.
- (21) 1938 : Japon : L'emploi du procédé au sulfite est considéré comme de peu d'intérêt.

- Procédé combiné soude-sulfite -

- (22) 1928 : Traitement par une solution chaude contenant 3 à 5 % de soude, puis par une solution contenant 6 % de soude et du sulfite ou de l'hyposulfite (2 à 3 %).
- (23) 1931 : Suite de ces travaux.
- (24) 1938 : Bagasses de sorgho sucrier traitées par ce procédé (blanchiment : 4 % Cl).

- Procédé au sulfate -

Il est en fait rarement mentionné. Nous citerons seulement deux travaux :

- (25) 1938 : Na OH : 7 %
 SO_4Na^2 : 17 % } pression 75 lbs (6 heures)

Rendement en pâte blanchie : 50 à 60 %, le rendement étant le plus fort dans le cas des bagasses des Philippines (longueur de rupture 4.400, éclatement 53).

et un travail récent effectué en Suisse sur les plantes subtropicales :

- (26) 1945 : Zurich : Température optima pour la cuisson des bagasses : 140°
- Durée de cuisson : ne pas dépasser 4 heures
- Concentration de la lessive : 6 % en Na

Le sulfate de soude donne des pâtes plus riches en α -cellulose que la soude. On a montré l'influence des anions sur la qualité du produit final.

- OH^- favorise la séparation de la lignine
- S^{--} et CO_3^{--} freinent l'action agressive de OH^- sur la cellulose.

Meilleurs résultats obtenus avec :

Na OH	65-75 %
CO_3Na^2	10-20 %
S Na^2	15-25 %

- Procédé soude-chlore -

Il en est déjà fait mention en 1923.

- (19) 1923 : Formose : le rendement est seulement de 45 %. Les seuls travaux importants ont été effectués par Pomilio.
- (27) 1938 : 1°- Traitement par la soude (1 à 2 %) à 80-100°.
2°- Traitement par le chlore à une température ne dépassant pas 65°.
3°- Lavage à l'eau froide immédiatement.
4°- Traitement par une liqueur alcaline (0,1 à 10 % d'alcali) à 100°.
- (28) 1939 : Rendement 37 % (α -cellulose, 76,5 % seulement).

Nous indiquerons enfin quelques traitements particuliers ayant fait l'objet d'une étude sur les bagasses ou d'un brevet :

- 1°- (29) I910 - Cuissson dans l'eau pure sous 4 à 6 atm. (durée 3 à 6 heures), la désagrégation et le blanchiment étant facilités par l'addition d'un hydrocarbure quelconque (5 à 10 %), celui-ci ayant comme rôle d'absorber les acides organiques de la bagasse. La résistance des fibres n'est pas altérée par ce traitement.
- 2°- (18) I911 - Traitement à la chaux. Il conduit à une pâte impossible à blanchir comme dans le cas de la paille.
- 3°- (30) I928 - Fabrication de carton de bagasse par cuissson dans un lait de chaux.
- 4°- (31) I938 - Prétraitement par une culture bactérienne, puis traitement par la soude. Rendement 70 % avec une consommation de 14 à 16 % de soude et de 6 % de chlore. Un traitement soude-sulfite donne une pâte plus facile à blanchir.

Indiquons pour terminer qu'il vient de paraître un recueil de références relatives à l'utilisation des bagasses : C.J. West. The Utilisation of Sugar Cane Bagasse for Paper Board and Chemicals.

RÉFÉRENCES

- 2 - J. Stewart Remington, Douglas A. Bework et Arthur J.B. Carrington London. Worlds's Paper trade Rev.52 729-31.
- 3 - E.C.H. Valet Fr. 650.I94 Fev. 29.I928.
- 4 - G.A. Richter - U.S.I.811.804 (Juin 1930) (Raymond C Mc Quiston et Harry von Loeshecke U.S.I.813.184 (Juillet).
- 5 - J.J. De la Roza - Mem. Assoc. Tecnicos ocuz. Cuba II 349-55 (1937)
- 6 - Syosuka Tanaka et Muneo Kerimaya - J. Agr. Chem. Soc. Japan 14 724-32 (1938)
- 7 - Koichiro Honda et Yusuru Nakamura - Rept. Govt. Sugar Expt. Sta.Tainan (Formosa) N° 6 149-56 (1939)
- 8 - Humio Kurazawa - J. Soc. Trop. Agr. Taioku Imp. Univ. 10 - 215-24 (1938)
- 9 - J. Agr. Chem. Soc. Japan 15 25-32 (1939) (C.A. 33 2333 (8))
- 10 - U.S. 2.193.493 Mars 12
- 11 - Gilbert J. Fowler et Bkolanath Bammerjee - J. Indian Inst. Sci. 4 part 15, 241-60 (1921)
- 12 - Lynch et Goss - Ind. Eng. Chem. 24 - 1249 (1932)
- 13 - John H. Payne - Ind. Eng. Chem. 26 - 1339-41 (1934)
- 14 - John P. Farster - U.S. 2.013.042 Sept.3
- 15 - Yoshikozu Hachihama et Wasuke Takemura - J. Soc. Chem. Ind. Japan 39 suppl. binding 239 (1936)
- 16 - Paper Ind. Paper World 21 972-7 (1939)
- 17 - Synthetics and by-products Vol. 8 n° 9 Sept. 1946
- 18 - Le papier n° 8 - Avril 1911 p.88
- 19 - Haschiro Kumagawa et Kenkichi Shimomura - Z. angew. Chem. 36 - (414 - 8) (1923)
- 20 - Tetsudo Hagawira : U.S. I.825.349 (Sept. 1929), Japan 91.913 (1931)
- 21 - Yoshikazu Yatsuhama : Intern. Sugar J. 40-39 - (1938)
- 22 - C.H. Valet Brit. 277-163 Août 1926
- 23 - C.H. Valet U.S. I.792.202 Février 1931
- 24 - Camillo Levi et Emilio Debenedetti Ind. Carta 5 294-9 (1938)
- 25 - Kuhne O. World's Paper Trade Rev. 1938 110 (1164,1246)
- 26 - Uber die Gewinnung von Zellstoffen aus subtropischen Kulturpflanzen (Lemarm et Cie Zurich 1945)

- 27 - U. Pomilio Brit. 480.170 Février 1938, Brit. 489.302 Juillet 1938
- 28 - Univ. Philippines Nat. and Applied Sci. Bull. 7-227-31 1939
- 29 - Fr. 394.143 Août 1908 Companhia Industrial de Cellulose Brésil
- 30 - Moniteur français de la papeterie - Mai 1928 n° 9 p.206
- 31 - O. Kühne Zellstoff u. Papier 17 526-31 (1937)

Fabrication du papier de bagasse :

- { H. Wrede Wochbl. Papier fabric. 42 - 582-4
- { Guillermo Raitt Trop. Agri. - Rev. Ind. Agri. Tucuman N° 12 38-41

II. MAÏS

En ce qui concerne les maïs, c'est encore le traitement alcalin qui a fait l'objet du plus grand nombre de travaux; nous donnerons également quelques indications sur les autres méthodes qui ont été essayées en vue de l'obtention de pâte de maïs. Nous remarquerons tout de suite que les auteurs s'accordent sur l'impossibilité d'appliquer au maïs le procédé au bisulfite.

A) Procédé alcalin :

- (1) 1911 : des essais avaient été effectués sur le maïs géant de Serbie. Il fut soumis à une cuisson de 6 heures en autoclave rotatif (12 Kg de Na OH pour 1.000 Kg de tiges, 500 litres d'eau); rendement 51 %. La pâte fut tirée sur machine. (longueur de rupture 4.526 m. sens machine et 3.021 sens travers). La pâte obtenue aurait donné de bons résultats en mélange avec d'autres pâtes.
- (2) 1912 : Aux usines de Murrysvill, comté de West-Moreland (Pensylvanie), des essais avaient été effectués en vue d'augmenter le rendement à l'hectare en cellulose. La masse ayant été soumise à un vide préalable afin de faciliter la pénétration de la lessive, un traitement à la soude à 1 % sous 2 Kg pendant 5 heures permettait d'obtenir une pâte utilisable pour la fabrication d'emballages grossiers.
- (3) 1927 : (Procédé Dorner), cuisson avec lessive de soude sous faible pression (durée 1 heure) suivie d'une cuisson à plus haute pression avec une lessive de soude plus concentrée pendant 5 heures. Rendement 33 à 35 % (95 % d'd-cellulose).
- (4) 1928 : Les auteurs recommandent une cuisson relativement courte (1 h.30 à 2 h.) pour éviter de réduire la moëlle à l'état colloïdal. Traitement par 20 % de soude par rapport au poids de matière sèche. Perte de 10 % de pâte au blanchiment. La pâte obtenue serait susceptible de donner un bon papier pour magazines, livres et écriture.
- (5) 1929 : La soude paraît être le meilleur désincrustant. L'auteur a obtenu des pâtes ne contenant que 30 à 35 % d'd-cellulose ce qui paraît très peu.
- (6) 1930 : Traitement par la soude sous pression (40 à 50 lbs), la concentration de la lessive étant de 5 à 20 %; de bons résultats ont été obtenus par traitement 1 heure sous pression de 50 lbs suivi d'une cuisson avec 10 % de soude. La consommation de soude a pu être abaissée par fermentation préliminaire.

B) Procédé au sulfate :

- (7) 1930 : Les meilleurs résultats ont été obtenus par cuisson à 163°, 5 heures avec une lessive contenant 4,4 % d'Na OH et 1 % Na₂S; la pâte obtenue était nettement supérieure à la pâte à la soude.

(8) 1941 : Cuisson avec une lessive contenant 75 % Na OH et 25 % Na²S. Des essais furent effectués sur différentes parties du maïs, moëlle, feuilles, couche externe de la tige... sauf exception, ces pâtes auraient donné des résistances à la rupture et au pliage supérieures à celles obtenues jusqu'alors avec les pâtes de paille.

C) Procédé au bisulfite :

Nous indiquons pour mémoire les travaux effectués (8).

Comme nous l'avons déjà indiqué, ce procédé ne donne pas de résultats satisfaisants.

D) Préhydrolyse acide :

Nous avons trouvé peu de références à ce sujet : on peut citer un brevet de B. Dorner (8) qui préconise un prétraitement par Ac OH, un brevet de E.R. Darling (9) relatif à une préhydrolyse sulfurique, les travaux de Endre Horvath et Cuyila Eber (10) qui obtinrent une pâte facile à blanchir grâce à un traitement par NO²H à 2 à 3 % suivi d'une cuisson à la soude sous 3 atm.; la même année, on trouve mention d'une étude semblable (11) et enfin, en Italie, les tiges de maïs furent traitées par H Cl à 0,2 % à la température ordinaire 2 à 3 jours, puis par Na OH dilué à 100° (α-cellulose : 75,4 à 78 %) (12).

E) Nous noterons que certains auteurs ont proposé le traitement par l'ammoniaque sous pression (90 à 100 lbs). Les brevets envisagent la récupération de l'ammoniaque; le rendement serait supérieur à celui que donne la cuisson à la soude (13).

F) Le procédé Pomilio a aussi été appliqué aux maïs (14).

Les tiges de maïs ont été également l'objet de nombreux travaux en vue de la fabrication de cartons isolants. (15)

Il résulte de travaux effectués en 1943 aux Etats-Unis que 5 tonnes de tiges de maïs doivent pouvoir donner 1 tonne de pâte blanche constituée par de belles fibres et 1,4 tonnes de matières non fibreuses et à fibres courtes. La pâte blanchie est susceptible d'être utilisée en mélange avec d'autres pâtes dans la plupart des papiers. La puissance nécessaire pour traiter la pâte serait inférieure de moitié à celle nécessaire dans le traitement des pâtes de bois au sulfite, au sulfate et à la soude. Un prétraitement de la tige permettrait de réduire le volume de la matière fibreuse dans des proportions telles que la capacité des autoclaves serait inférieure à celle des lessiveurs utilisés dans la production des pâtes de bois (16).

RÉFÉRENCES

- (1) Moniteur français de la papeterie - Avril 1911
- (2) Moniteur français de la papeterie - 15 Décembre 1912
- (3) J.E. Jackson - Paper Mill 50 N° 36 2,20 (1927)
Wochbl - Papier fabr. 59 1175-7 (1928) (*)
- (4) Ind. Eng. Chem. 21 270-5
- (5) Manuel Riano - Quim. ind. 6 173-4 (1929)
- (6) L.K. Arnold (Iowa) Eng. Expt. Sta. Bull. N° 100 (1930)
et Iowa Eng. Expt. Sta. Bull. 100 Septembre 1930
- (7) L.K. Arnold Cellulose I 224-7 (1930)

(*) - L'article contient une récapitulation des brevets existant à l'époque.

- (7a) U.S. I.455.47I
U.S. I.229.422
Papier fabr. 28 239.24I (1930)
U.S. I.758.896
U.S. I.902.106
Brit. 363.429
- (8) Brit. 8.638 - Avril 1911
- (9) Brit. 314.06I - Juin 1928
- (10) Cellulose chemie I2.85-95 Zellstoff u. Papier II - 537 (1931)
- (11) Papier fabr. 28 - 363-5 (1930)
- (12) Ann. Chim. Applicata 30 248-56 (1940)
- (13) U.S. I.802.715 (Iowa State college Agricultural and mechanical Art.)
U.S. I.902.106
- (14) E. Horvath Papier fabr. 27 636-9 (1929)
- (15) U.S. I.754.413
L.K. Arnold Cellulose I 272-5 (1930)
" " Iowa Eng. Expt. Sta. Bull. 100 Sept. 1930
C.E. Hartford Ind. Eng. Chem. 22 I280 - 4 (1930)
L.K. Arnold Paper Ind. 20 547-50 (1938)
J. Plagge et D.E. Anderson - Eng. Expt. Sta. Bull. I37.47 (1937)
- (16) Paper trade J. II6 n° 15 (45-51) (1943)

III. SORGHOS

Le nombre de travaux qui ont été effectués sur les sorghos est beaucoup plus restreint et c'est le sorgho sucrier qui a été principalement visé; le sorgho à balai n'a cependant pas été tout à fait négligé.

Nous donnerons succinctement comme pour les maïs et les bagasses quelques indications sur ces travaux.

- (1) 1926 : Le "Bakaka", sorte de sorghum vulgaire par traitement 7 h. sous pression avec 5 % de soude donne une pâte facile à blanchir avec un rendement de 37 %.
- (2) 1928 : Japon : Traitement des tiges d'Andropogon Sorghum de Manchuria, par 12 % de soude par rapport au poids de sorgho sec pendant 3 à 4 h. à 130-140°. Rendement 40 % (36 % en pâte blanchie).
- (3) 1931 : Suite de ces travaux.
- (4) 1931 : Ecole Française de Papeterie : obtention d'un papier d'emballage semblable au papier de paille à la chaux et de tenacité médiocre.
- (5) 1937 : Italie : Etude sur le sorgho sucrier.
- (6) 1938 : Italie : Application du procédé Pomilio après extraction du sucre des sorghos sucriers.
- (7) 1940 : Italie : procédé au monosulfite, après élimination de la moëlle et des fibres courtes; le rendement est de 35 %; le blanchiment par Cl O Na est facile et ne demande que 3 à 4 % de chlore.

La politique d'autarcie que pratiquait l'Italie avant la dernière guerre eut une très forte influence sur le développement de la fabrication des pâtes de paille par application du procédé Pomilio en particulier, et c'est cette politique qui est à l'origine de ces importantes recherches sur les sorghos sucriers.

En France, les travaux effectués jusqu'alors sur les sorghos sont relativement moins nombreux.

Il faut noter cependant l'étude de MM. VIDAL et ARIBERT, professeurs à l'Ecole Française de Papeterie, sur le gros mil (sorghum vulgaire) (8) Les auteurs rappellent brièvement les précédents travaux effectués sur ces sorghos :

- 1860 : premiers essais sur ces sorghos
1900 : Léon et Marcel Rosteing et Percie du Sert :
Précis des végétaux propres à la fabrication du papier
1907 : Etude de Paul Ammann (Le papier : Sept. 1909)
1923 : André Piedallu : Le Sorgho, son histoire et ses
applications (Paris, Challamel 1923)

Nous renvoyons à ces ouvrages pour le détail de ces travaux qui avaient en général conduit à des résultats peu favorables.

L'essai de MM. VIDAL et ARIBERT avait été effectué sous pression de 3 Kg (durée 4 heures : rotation du lessiveur 1 tour 1/4 par minute) et avec une lessive de soude à 6°B.

Le rendement de l'opération fut de 38 % en pâte écrue et de 30 % après blanchiment par CaOCl_2 à 18 %.

Malheureusement, le tirage sur machine ne put être effectué avec de la pâte de sorgho pure car les auteurs ne disposaient que de 50 Kg de tiges sèches; il fallut procéder au mélange :

- (35 % cellulose sorgho
- (65 % cellulose sapin

Il faut mentionner ensuite la publication de MM. G. DUPONT et R. ESCOURROU sur la fabrication du papier de sorgho (9). Les travaux portèrent sur les sorghos à balais et sur les sorghos sucriers. Ils apportèrent les conclusions suivantes :

- 1°- Un prétraitement nitrique (procédé nitro-sodique) n'apporterait que peu d'avantage.
- 2°- Le procédé au bisulfite ne paraît pas présenter d'intérêt, la pâte obtenue étant plus difficile à blanchir que la pâte à la soude.
- 3°- Le procédé (soude, chlore, soude) Pomilio n'a pas été essayé vu la borne désincrustation obtenue par la soude seule.
- 4°- L'emploi de la pression est inutile dans le traitement à la soude seule.

Enfin, en 1941, des essais ont été effectués aux Papeteries Navarre sur un mélange sorgho-mais, par le procédé Thiriéna. Nous y reviendrons au chapitre VII (Ces essais ont été négatifs).

RÉFÉRENCES

- (1) Bull. Agence gen. colonies 18 - 360 (1925)
- (2) R. Yamamoto - Cellulose Ind. Tokyo 4 53-66 (1928)
- (3) d° - Abstracts from Rept. Central Lab. S. Manchuria Railway Co 1929 26-7
- (4) Moniteur français de la papeterie - Nov. 1931 n° 10 p.497
- (5) Ricerca sci. 1937 I 390-9 (Chim. et Ind. 40-551)
C. Levi et E. Debenedetti. Ind. Carta 4 171-7 (1937)
- (6) Chimica e industria (Italy) 20 785-90 (1938)
C. Levi et E. Debenedetti. Ind. Carta 5 294-9 (1938)
- (7) Atti Xème Cong. Inter. Chim. 4 155-6 (1939)
- (8) L. Vidal et M. Aribert - Ministère des Colonies : Institut national d'Agronomie coloniale 1924)
- (9) G. Dupont et R. Escourrou - Chim. et Ind. vol. 45 N° 5 Mai 1941 (p. 405 - 416)

CHAPITRE II

I. EXAMEN MICROSCOPIQUE DES VÉGÉTAUX ÉTUDIÉS ET DES PATES A PAPIER ⁽¹⁾

A) ÉTUDE ANATOMIQUE

Des coupes transversales ont été pratiquées dans les tiges; ces coupes furent ensuite colorées au carmin afin de distinguer nettement les zones parenchymateuses et les parties fibreuses lignifiées. Nous donnons ci-joint quelques microphotographies de ces coupes.

L'étude anatomique des végétaux destinés à la fabrication du papier présente un intérêt incontestable. Grâce à elle, il est possible de préciser la position, l'abondance respective des différents éléments qui constituent les tissus de la plante.

Suivant le plus ou moins grand degré de lignification des fibres et le fait que les fibres sont plus ou moins noyées dans le parenchyme, on peut tirer des indications sur l'efficacité du traitement chimique qui leur sera infligé.

1° - MAÏS -

Structure des tiges :

Les fibres sont localisées sous l'épiderme et autour des faisceaux libéro-ligneux. Celles-ci sont rares; par contre, le parenchyme est très abondant et ne présente pas de partie lignifiée, ce qui laisse présager qu'un traitement chimique peu poussé permettra déjà une assez bonne délignification (2).

Structure des feuilles :

Les fibres sont extrêmement rares dans les feuilles et la presque totalité de la partie interne est constituée par de grosses cellules de parenchyme; la présence des feuilles n'apportera par conséquent dans la pâte qu'un supplément d'éléments accessoires et ne présentera en définitive que des inconvénients. Sur la partie inférieure de la feuille, l'épiderme présente des poils qui sont nettement visibles, mais ils sont peu nombreux.

(1) - Nous remercions spécialement ici M. CHIAVERINA, Professeur à l'E.F.P. de Grenoble, d'avoir bien voulu nous aider et nous conseiller à ce sujet.

(2) - Les faisceaux libéro-ligneux sont constitués par 2 vaisseaux de fort diamètre et 1 vaisseau plus étroit. Les deux gros sont réticulés et le petit annelé.

2° SORGHO -

Structure des tiges :

a) Petit mil.- La région sous-épidermique contient une zone fibreuse dans laquelle sont noyés des faisceaux libéro-ligneux. Il existe également des fibres à l'intérieur du parenchyme scléreux; elles sont localisées autour des faisceaux libéro-ligneux. Une partie du parenchyme est lignifiée et il faut en conclure que le traitement à la soude sera plus poussé de ce fait; ces tiges étant plus fines que les tiges des autres variétés de sorgho, la proportion d'éléments accessoires est beaucoup moins grande.

b) Sorgho de la Vallée du Rhône.- Les fibres sont également localisées dans la région sous-épidermique et autour des faisceaux libéro-ligneux. Il n'existe pas ici de zone de parenchyme lignifié. Le traitement à la soude devrait être plus facile que dans le cas des petits mils.

c) Sorgho africain (variété blanche).- La structure est la même que celle du sorgho de la Vallée du Rhône. Sous la couche fibreuse sous-épidermique, il faut noter cependant une couche épaisse de parenchyme scléreux. Un traitement plus énergique sera donc nécessaire pour cette variété. Autour des faisceaux libéro-ligneux, la lignification est plus importante que dans les variétés précédentes; les faisceaux n'ont pas la forme allongée qu'ils présentaient dans les deux autres variétés.

d) Sorgho africain (variété rouge).- Ici encore, même structure avec lignification plus poussée des faisceaux libéro-ligneux périphériques et de l'épiderme. Il existe également une zone sclérifiée plus large et très lignifiée. Ces sorghos paraissent être ceux qui nécessiteront le traitement chimique le plus poussé.

3°- CANNE A SUCRE -

Structure des tiges :

Les bagasses nous parvenant à l'état de fragments de dimensions variables, ne permettant en aucun cas de faire une coupe dans le végétal, nous sommes réduits à donner quelques indications sommaires à titre documentaire sur la constitution de la tige de canne à sucre.

Les coupes transversales montrent la très grande analogie de ces tiges avec celles des maïs et surtout des sorghos. L'épiderme est formé de cellules hexagonales, plus à l'intérieur on peut noter trois couches de cellules scléreuses. Les faisceaux libéro-ligneux sont espacés, irréguliers et protégés par du sclérenchyme.

CONCLUSION -

Chez tous ces monocotylédones, la zone fibreuse de la tige se trouve sous l'épiderme, la partie centrale étant particulièrement riche en cellules parenchymateuses à membrane cellulosique. Nous rencontrons en effet surtout les faisceaux libéro-ligneux à la partie externe de la tige. Certains cependant sont noyés à l'intérieur du parenchyme mais leur proportion est relativement faible.

La pâte obtenue à partir de ces végétaux sera donc très riche en éléments accessoires comme nous le verrons dans l'étude qui va suivre, ce qui laisse craindre des difficultés d'égouttage sur machine et une faible résistance à la déchirure. C'est pour ces raisons que nous avons fait des essais d'élimination de ces cellules qui, en faible proportion, peuvent constituer une "charge naturelle" formant ciment entre les fibres mais risquant de devenir très gênantes si leur nombre est trop important.

Le traitement chimique devra être particulièrement poussé dans le cas des sorghos africains, petit mil

et sorgho rouge du fait de la présence d'un parenchyme scléreux assez lignifié; l'épiderme et la région sous-épidermique sont plus lignifiés que dans le sorgho de la métropole et la partie fibreuse entourant les faisceaux libéro-ligneux est plus développée.

B) EXAMEN MICROSCOPIQUE ET PHOTOMICROSCOPIQUE DES PÂTES

Cet examen permet d'apprécier la valeur des pâtes à papier obtenues, d'établir les caractéristiques papetières des fibres afin d'utiliser au mieux leurs propriétés. On pourra apprécier aussi l'importance des modifications apportées aux fibres : déformation, gonflement, cassure, etc ...

La longueur des fibres (l), leur diamètre (d), le pouvoir feutrant ($\frac{d}{l}$), leur forme (plate ou ronde), leur aspect (lisse ou effiloché), la nature de leurs extrémités et surtout la proportion des éléments non fibreux jouant le rôle de "charge cellulosique" permettant de combler les lacunes du réseau de fibres, sont autant d'éléments qu'il peut être intéressant de noter.

C'est en effet de la finesse, de la souplesse et de la longueur de la fibre que dépend la faculté d'enchevêtrement de celle-ci et l'épaisseur de sa paroi peut influencer sa tenacité; encore faut-il préciser que cette question prête toujours à discussion à l'heure actuelle.

La dimension des éléments accessoires n'est pas sans importance sur la prévision des résultats : si les cellules du parenchyme sont de dimensions inférieures aux cellules principales, elles disparaîtront au lavage et on enregistrera un abaissement du rendement; si ces cellules sont au contraire de mêmes dimensions ou de dimensions supérieures aux cellules principales, il en résultera un abaissement sensible de la résistance du papier, les cellules parenchymateuses n'ayant aucune valeur au point de vue papetier.

L'étude microscopique des pâtes obtenues à partir des sorghos, maïs et bagasses nous a montré qu'il existe une grande analogie entre ces monocotylédones. Ces pâtes ont un aspect très voisin de celui des pâtes de paille.

Nous y rencontrons les éléments suivants :

1°- Fibres :

Les fibres varient entre 2 et 4 mm. Elles sont parfois encore plus courtes. Généralement, la fibre est cylindrique et régulière et possède un lumen dont les dimensions varient d'une variété de végétal à l'autre; elle paraît assez raide et le plus souvent elle est rectiligne; cependant, certaines fibres sont recourbées en forme de demi-cercle sans donner néanmoins un aspect de grande souplesse.

2°- Cellules parenchymateuses ou "tonneaux" :

Ce sont des cellules à paroi très mince, qui souvent se retrouvent dans la pâte vidées de leur contenu. On rencontre parfois des chapelets de ces cellules lorsque le traitement chimique n'a pas été très poussé. Elles peuvent atteindre des dimensions importantes.

3°- Batonnets :

Ils sont assez nombreux dans toutes ces pâtes et possèdent un lumen très large. Certains ressemblent à des fibres très courtes, d'autres, au contraire, en diffèrent, les parties extrêmes n'étant pas effilées.

4°- Vaisseaux ponctués :

Ils se présentent sous l'aspect de tubes cylindriques à paroi mince perforés de nombreuses ponctuations.

5°- Trachées :

Ce sont des tubes à paroi mince renforcés par des anneaux ou un épaississement spiralé. Celles-ci se retrouvent rarement intactes dans la pâte; par contre, on y distingue souvent des anneaux épars.

6°- Peignes :

Ce sont les cellules de l'épiderme. Nous les rencontrons plus rarement dans les pâtes de sorghos faites à partir de tiges pratiquement dépourvues de feuilles. Ces cellules ne constituent en effet que la partie extérieure de la tige et on en trouve également un grand nombre dans les feuilles. Les bords de ces cellules présentent des dentelures très caractéristiques qui leur confèrent une force de cohésion plus grande; on rencontre parfois un petit groupe de ces cellules dans la pâte. Le plus souvent, elles ont une forme bien symétrique, d'autres, rares en ce qui nous concerne, ont une forme tout à fait irrégulière.

Nous allons donner ici quelques précisions au sujet des pâtes que nous avons étudiées. La discrimination entre ces pâtes est d'ailleurs assez délicate, on ne peut noter que des différences de détails. Dans l'un des chapitres suivants, nous donnerons le compte-rendu des essais de papier que nous avons effectués après élimination de la majeure partie de la moëlle; nous indiquons dès maintenant les remarques que nous avons été amenés à faire sur ces pâtes.

1°- Sorgho Africain (variété rouge) -

Nous y rencontrons tous les éléments accessoires indiqués ci-dessus. Après essai d'élimination de la moëlle, nous avons constaté qu'une forte proportion de batonnets n'avait pas disparu au cours du traitement.

La longueur des fibres varie de 0,5 mm à 2mm; le lumen représente 1/3 environ de la largeur de la fibre pour les grandes fibres (longueur supérieure à 1 mm.). Les peignes et les cellules parenchymateuses sont assez rares, mais l'élimination est cependant fort incomplète. On rencontre dans la pâte de nombreux anneaux issus de trachées.

Au chloro-iodure, la pâte donne une coloration bleue, mais il existe certaines parties colorées en vert, la désincrustation n'est donc jamais parfaitement régulière.

2°- Sorgho Africain (variété blanche) -

Les dimensions des cellules parenchymateuses sont très variables; on rencontre pratiquement toutes les tailles, de la plus petite à la plus grosse cellule, de longueur supérieure à 0,5 mm. et d'une largeur de 40 μ .

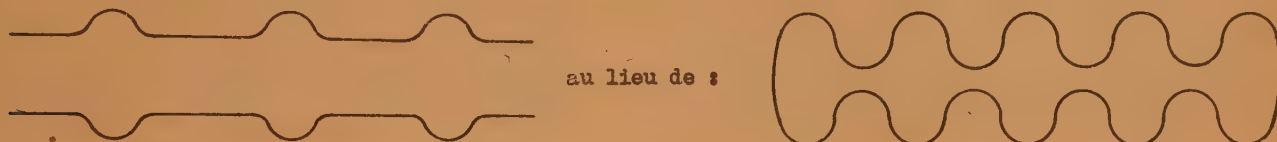
Les fibres atteignent 2 mm. de long et ont un lumen plus fin (1/5 environ de la largeur de la fibre) et il est souvent difficile à déceler. Il existe beaucoup de cellules scléreuses dans la pâte; elles sont courtes et fines.

Le chloro-iodure donne une coloration bleue avec les fibres tandis que les éléments accessoires ont au contraire une teinte qui tend vers le rouge.

C'est avec cette variété de sorgho que nous avons le mieux réussi à éliminer la moëlle. Nous avons obtenu une pâte bien désincrustée (coloration bleue assez homogène au chloro-iodure) dans laquelle la presque totalité des éléments accessoires avaient disparu; parmi ceux-ci, seuls les batonnets sont restés dans la pâte. Nous donnons ci-joint deux microphotographies qui montrent d'une part la pâte formée en majeure partie de fibres et d'autre part les éléments accessoires qui ont été éliminés et parmi lesquels on reconnaît des peignes, des batonnets, des vaisseaux et une forte proportion de cellules du parenchyme.

3°- Petits mils -

La pâte contient beaucoup moins de cellules parenchymateuses que dans les autres variétés de sorghos; elles sont généralement plus grosses. Les cellules fines ont une forme allongée. La tige étant plus fine, la proportion de moëlle est en effet plus faible. Par contre, on rencontre beaucoup plus de vaisseaux ponctués. Il existe deux sortes de fibres : les unes fines et courtes et dont la longueur n'atteint qu'1 mm. à 1 mm.5, les autres plus grosses et dont la longueur peut atteindre 2 mm. On trouve également plus de peignes dans la pâte, ce qui est encore une conséquence normale du diamètre de la tige; ils ont un aspect un peu différent de ceux que nous avons rencontrés précédemment :



4°- Maïs -

Les essais d'élimination de la moëlle n'ont pas donné de bons résultats avec les maïs. Le classement des cellules ne s'est pas bien effectué en raison probablement de leurs dimensions respectives. La partie éliminée contenait des cellules parenchymateuses mais également des fibres courtes et fines.

Dans la pâte, nous avons retrouvé de nombreuses cellules du parenchyme, relativement épaisses, le plus souvent sous forme de chapelets de cellules, ainsi que la totalité des vaisseaux ponctués.

Les fibres sont moins fines que celles des sorghos; la plupart ont 1 mm. de long mais on en rencontre qui atteignent 2 mm.; elles sont moins régulières que celles des sorghos et dans les plus grosses, le lumen n'épouse pas la forme extérieure de la fibre. On ne rencontre pas dans la pâte de poils épidermiques; les coupes pratiquées dans les feuilles de maïs montrent en effet qu'ils sont extrêmement peu nombreux. Par contre, on peut distinguer deux sortes de fibres, les unes provenant des feuilles et les autres des tiges.

Le manque d'homogénéité de la coloration par le chloro-iodure prouve une fois de plus qu'il n'est pas possible d'obtenir une cuisson parfaitement homogène à 100°, certaines parties de la tige se laissant moins facilement attaquer par les réactifs chimiques.

5°- Bagasses -

Les fibres sont plus longues que chez les sorghos, et atteignent 4 mm.; la longueur varie entre 2 et 4 mm., la largeur entre 0,02 et 0,04 mm. Le lumen est généralement linéaire, parfois irrégulier ou invisible. La pâte est caractérisée par la présence de très grosses cellules parenchymateuses dont la longueur atteint 1 mm et la largeur 0,5 mm. Elles possèdent des ponctuations très nettes; les batonnets sont également ponctués, on rencontre dans la pâte des débris de vaisseaux de cellules parenchymateuses. Les vaisseaux sont rayés ou annelés.

Les fibres sont colorées en bleu au réactif de Lofton Meritt; il existe encore de nombreux éléments sclérifiés et lignifiés.

Les essais d'élimination de la moëlle n'ont pas été concluants. Le classement ne s'étant pas effectué d'une façon rigoureuse, il restait encore beaucoup de moëlle dans la pâte après traitement sur le tamis.

Examen des pâtes préparées aux Usines de Facture -

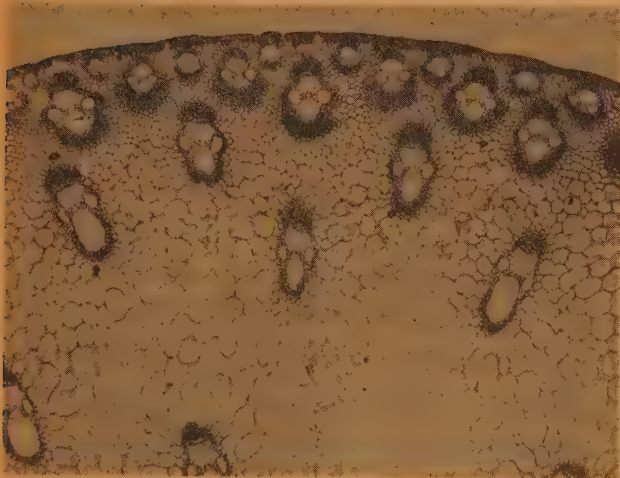
Sorgho : Les fibres paraissent présenter plus de souplesse que dans les essais de laboratoire. Il existe encore 10 % environ d'éléments colorés en jaune par le chloro-iodure; ceux-ci proviennent vraisemblablement

blement des noeuds. On rencontre dans la pâte de rares agglomérats de fibres et de tonneaux. L'homogénéité de la cuisson n'est pas parfaite.

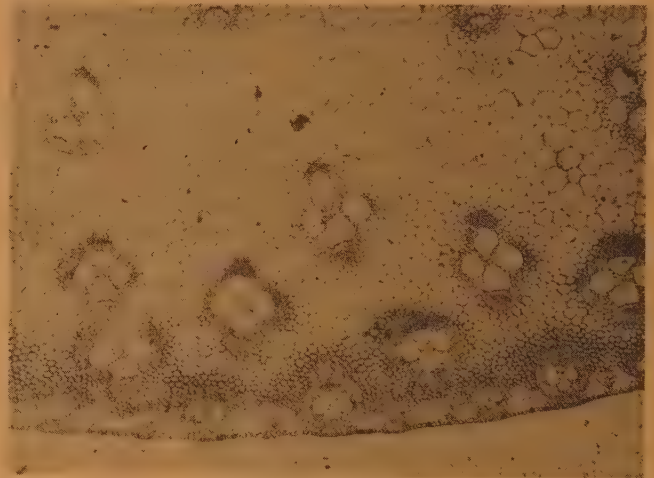
Bagasse : Comme nous l'avons vérifié après fabrication du papier, la pâte présente plus de souplesse que la pâte de sorgho; l'homogénéité est également plus grande bien que les fibres ne soient guère plus cuites que dans le cas des sorghos. On remarque la présence dans la pâte de petits éléments jaunes dont il est difficile de préciser la provenance et qui ne sont pas issus de la tige.

CONCLUSION

L'utilité de l'examen microscopique des pâtes est indéniable et il ne faut pas le sous-estimer. Une fois cet examen terminé, de précieuses indications peuvent être encore obtenues grâce aux réactifs (chloro-iodure, Lofton Meritt) qui permettent de suivre le degré de délignification de la pâte et d'avoir une idée des modifications qu'il convient de faire subir au traitement chimique auquel le végétal sera soumis.



Sorgho de la Vallée du Rhône



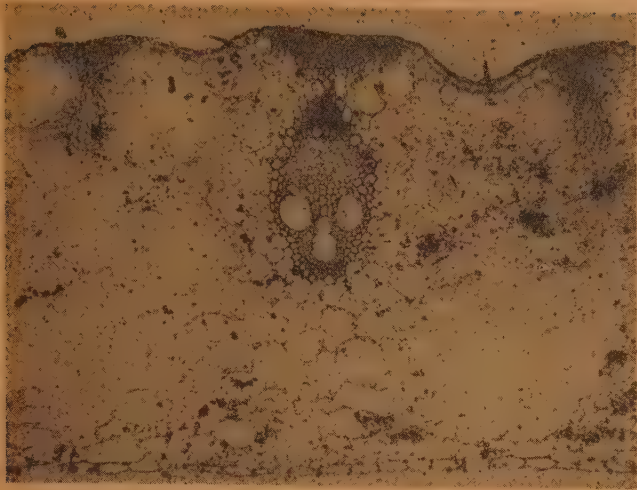
Petit Mil



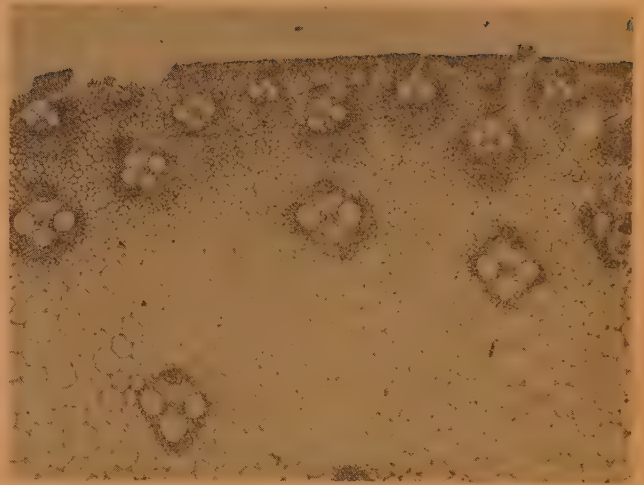
Moëlle éliminée



Sorgho Africain (A) après élimination de la moëlle



Feuilles de Maïs



Sorgho Blanc (A) Africain



Sorgho Rouge



Petit Mil (moëlle éliminée)



Sorgho Africain (B) (moëlle éliminée)



Sorgho Africain (B) (moëlle non éliminée)



Sorgho Rouge (essai d'élimination de la moëlle)



Sorgho Rouge (moëlle non éliminée)



Bagasse (moëlle non éliminée)



Bagasse (après élimination partielle de la moëlle)



Maïs (moëlle non éliminée)



Maïs (après élimination partielle de la moëlle)

II. ANALYSE IMMÉDIATE DES SORGHOS BAGASSES, MAÏS

Choisir une méthode d'analyse présente quelques difficultés. Dans l'étude des bois, on se heurte déjà au fait que le nombre des méthodes proposées est fort important; d'autre part, il existe dans chacune de celles-ci une grande part d'arbitraire.

La constitution chimique des végétaux annuels est connue à l'heure actuelle d'une façon encore très imparfaite. Il est donc difficile de dire quelle méthode est susceptible de donner l'idée la plus précise de la constitution du végétal étudié; l'accord ne s'est pas réalisé sur une technique déterminée dans l'exécution d'une analyse d'ensemble. Nous avons finalement arrêté notre choix sur la méthode de G. BERTRAND qui a l'avantage d'être relativement rapide et nous avons suivi la technique qu'il faisait appliquer dans ses laboratoires à l'étude des végétaux plutôt que de nous rapporter aux indications données dans le livre récent de Lévy-Hulot dans lequel les méthodes préconisées sont presque essentiellement relatives à l'étude des bois.

Nous donnons ici quelques précisions à ce sujet.

Echantillonnage -

La pénétration des réactifs varie avec la dimension des éléments traités ce qui peut entraîner des différences plus ou moins importantes dans les résultats obtenus. Nous avons procédé à un broyage préalable (Broyeur Forplex) de la matière première en opérant sur une assez forte quantité de végétal afin de pouvoir obtenir un échantillon moyen dans de bonnes conditions. Il existe encore de nombreuses controverses au sujet de l'échantillonnage. Nous n'avons pas procédé à des classements par tamisage comme le préconisent certains auteurs. Ces classements entraînent souvent des causes d'erreurs dans le cas des bois. Il n'est pas douteux que ces erreurs seraient encore aggravées pour les végétaux étudiés du fait que la moëlle et les fibres ne donnent pas des éléments de même forme ni de même dimension. C'est la raison pour laquelle nous avons opéré avec le végétal broyé entier sans calibrage ni élimination des folles farines.

Pour le détail de la méthode utilisée, nous renvoyons au livre de LEVY-HULOT (1). Les dosages n'ont pas présenté généralement de difficultés; nous n'en avons rencontré qu'en ce qui concerne la cellulose.

Nous avons d'abord choisi, comme méthode de dosage, celle de SIEBER et WALTER (1) qui n'est autre que la vieille méthode de Gross et Bevan ayant subi quelques transformations. Le principe repose donc sur l'attaque des constituants non saccharidiques par le chlore suivi de leur solubilisation dans le sulfite de soude.

L'attaque des végétaux que nous étudions s'est avérée très difficile, en particulier en ce qui concerne les végétaux coloniaux. Voici quelques résultats obtenus par cette méthode :

Sorgho africain (A)	63,8 %	5	chlorationns
Sorgho rouge	62,8 %	6	-
Petit mil	63 %	6	-
Bagasse	64,5 %	5	-
Sorgho de la Vallée du Rhône	58,2 %	6	-

(1) - G. LEVY-HULOT, "L'Analyse immédiate des bois", p.115.
Bull. Soc. Chim. (1933), 53, p.432.

Ces chiffres étaient manifestement trop élevés; de plus, la cellulose obtenue n'était pas blanche. Les dosages de lignine effectués ont donné pour les sorghos africains par exemple : 10 % environ de lignine dans le résidu cellulosique.

Nous avons essayé de faire subir à l'échantillon utilisé un broyage au mortier entre les différents traitements chimiques afin de faciliter l'action des réactifs mais nous n'avons pas enregistré d'amélioration sensible.

Par contre, le remplacement du sulfite par la soude à 2 % - méthode déjà préconisée pour certaines pailles - paraissait donner de meilleurs résultats et nous aurions probablement poursuivi nos recherches dans cette voie si une autre méthode, qui est actuellement à l'étude en France dans plusieurs laboratoires, ne nous avait permis d'obtenir des celluloses brillantes et absolument blanches d'un très bel aspect. Il s'agit de l'utilisation du chlorite de soude.

Nous n'avons pu, faute de temps, poursuivre l'étude de ce problème. La méthode qui était susceptible de donner les meilleurs résultats aurait été celle de Schmidt au bioxyde de chlore. Cette méthode permet en effet de déterminer les polysaccharides totaux, puis par analyse du résidu, d'obtenir la cellulose réelle.

Quant à la méthode au chlorite que nous venons de citer, elle n'est pas encore au point et il aurait fallu une étude approfondie de celle-ci pour pouvoir donner des résultats dignes d'intérêt; les quelques résultats que nous possédons nous ont montré que l'attaque avait été trop poussée (Les chiffres obtenus pour la cellulose réelle par l'indice de Mahood étaient manifestement très faibles. C'est pourquoi, dans le tableau qui suit, nous n'indiquerons, pour la cellulose, que les chiffres obtenus par différence (1).

Il faut noter toutefois que ce chiffre ne peut constituer qu'une approximation. Il est probable que le végétal contient de très faibles proportions de substances saccharidiques en C⁶ qui passent dans l'extrait aqueux et d'autre part on dose avec les pentosanes les maillons en C⁵ inclus dans les chaînes cellulosiques.

TABLEAU I

	Humidité	Cendres	Extrait			Hydrolyse acide	Lignine	Pentosanes	Cellulose (par différence)	Acide acétique
			Aqueux	Alcoolique	Ethéré					
Sorgho métropolitain (Vallée du Rhône)	8,8	4,1	22,8	0,9	3,3	48,1	24,2	26,7	41,7	2,4
Sorgho métropolitain (Gironde)	8,4	3,6	11,4	0,7	3,7	45,4	21,1	29,1	42,5	2,3
Sorgho blanc (A)	8,5	4,4	14,4	1,7	1,7	45,8	22,7	30,4	40,8	2,1
Sorgho blanc (B)	8,2	5,4	14,2	1,5	1,9	45,8	23,0	30,6	39,1	2,1
Sorgho rouge	8,8	5,0	15,1	0,9	2,0	46,8	26,5	30,6	35,9	2,4
Petit Mil	9,0	4,6	14,9	1,1	1,0	47,7	29,8	30,7	33,9	2,6
Maïs	9,2	4,2	20,5	2,9	0,6	46,9	22,6	T: 29,7 F: 36,2	42,9	2,5
Bagasse	9,0	3,1	9,0	0,2	1,8	48,1	22,6		44,3	3,4

N.B. - Tous les chiffres sont ramenés à la matière première sèche.

T = tiges.

F = feuilles.

(1) - Poids sec (lignine + pentosanes + extrait étheré + cendres + acide acétique).

CHAPITRE III

MODE OPÉRATOIRE SUIVI DANS LES ESSAIS DE PAPIER

CHOIX DES MÉTHODES UTILISÉES DANS L'ÉTUDE DES PATES

A) CUISSON ET PRÉPARATION DE LA PÂTE À LA SOUDE

a) Cuisson.-

Une grande partie de nos essais ont été effectués sans pression. Nous avons opéré dans un ballon de 5 litres pour tous les essais à 100°.

Les sorghos et maïs sont découpés au préalable au hache-paille en fragments de l'ordre de 1 à 2 cm.; les bagasses se présentent dans un état suffisamment divisé pour qu'il soit inutile de leur faire subir un traitement préalable.

Nous avons songé à augmenter le rapport solide sur liquide en faisant passer les sorghos à la presse hydraulique avant leur introduction dans le ballon; ceci ne présente pas un gros intérêt, ces végétaux nécessitant une quantité importante de liquide pour les bien imbiber de lessive, ce qui nous oblige à ne pas remplir complètement le ballon. En conséquence, sitôt le liquide introduit, le végétal gonfle et reprend sa forme primitive. Nous nous sommes donc contentés par la suite d'introduire le maximum possible de végétal dans le ballon en le tassant légèrement, ce qui nous a amenés à utiliser dans chaque essai 400 gr. de végétal (humide).

Dans ces conditions, il n'était guère possible de faire varier la concentration de la lessive pour une même quantité de soude par rapport au poids de végétal sec, le rapport solide sur liquide étant pratiquement constant. Ce qu'il nous était permis de faire varier, c'est la quantité de soude par rapport au poids de végétal anhydre.

Le ballon est surmonté d'un brise mousse et d'un réfrigérant. Le brise mousse présente en outre l'avantage de permettre une circulation de la lessive qui s'élève à la partie supérieure du brise mousse pour redescendre en dessous du col du ballon.

On peut suivre la diminution de la concentration en soude par des titrages effectués sur des prélèvements de 5 cc. de liqueur noire. La liqueur noire est additionnée d'un excès de Cl^2Ba en cristaux afin de précipiter les lignates, carbonates, oxalates...; on titre alors la soude libre par $\text{HCl N} / 10$ en présence de phénolphthaléine. Il résulte de travaux récents qu'il ne suffit pas d'ajouter du chlorure de baryum, l'addition d'alcool serait nécessaire au moment du titrage pour retarder l'hydrolyse des sels de baryum précipités.

b) Traitement de la pâte.-

Après sa sortie du ballon, la pâte est lavée abondamment sur un tamis de 20 jusqu'à ce que l'eau d'égouttage soit claire et pratiquement exempte de soude. Lorsque la cuisson n'est pas très poussée, il est parfois nécessaire de laver la pâte dans un récipient d'une dizaine de litres afin de la mettre dans un état plus divisé.

La pâte est ensuite passée dans le désintégrateur Lamort. Il existe un jeu de tamis permettant d'effectuer un classement des fibres. Lorsque la pâte n'est pas très cuite, il est nécessaire d'effectuer le passage en plusieurs fois car on ne pourrait utiliser directement le tamis le plus fin.

Après égouttage, on extrait la majeure partie de l'eau contenue dans la pâte à l'aide d'une presse hydraulique. Les galettes de pâtes obtenues sont déchiquetées, et on prend un échantillon homogène qui est porté à l'étuve à 100-105° pour déterminer la siccité, ce qui permet de calculer le rendement en pâte écrue.

Pour ce qui a trait à la fabrication de feuilles d'essai, au degré SCHOPPER-RIEGLER, aux essais physiques des pâtes, nous prions de vouloir bien se reporter à l'ouvrage de H. MICOUD (1).

Dans les premiers essais que nous avons effectués et destinés à nous donner des indications sur les pourcentages de réactifs à mettre en oeuvre, sur le procédé à employer dans la fabrication de la pâte, sur la plus ou moins grande facilité de blanchiment de la pâte, la détermination de la seule longueur de rupture était à même de nous fixer sur la valeur des résultats obtenus.

Il n'en est plus de même lorsqu'on veut avoir une idée des réelles qualités d'un papier et des usages que l'on pourrait en faire. La longueur de rupture est alors loin d'offrir un critérium infaillible de solidité; elle peut avoir une valeur très élevée alors que le papier obtenu sera inutilisable dans la plupart des cas où celui-ci doit offrir de sérieuses qualités de résistance. Le rôle de la longueur de rupture d'un papier est indubitable lorsqu'il s'agit de la fabrication du papier d'emballage; il n'en reste pas moins vrai que si la déchirure et l'éclatement sont insuffisants, il faudra renoncer à l'emploi de ce papier pour cet usage.

Donc, toutes les fois que nous l'avons jugé nécessaire, nous avons donné en outre les indications suivantes (1) :

1°- Déchirure.

4°- Porosité.

2°- Eclatement.

5°- Main.

3°- Froissement.

B) ÉTUDE DES PÂTES

Indice de chlore -

Tous nos essais ont été suivis d'une détermination de l'indice de chlore. Pour les 22 premiers essais nous avons suivi le mode opératoire décrit par Monsieur ESCOURROU dans son petit livre sur le papier, afin de nous permettre de comparer nos résultats à ceux qu'il avait obtenus lui-même dans ses travaux. Par la

(1) Micoud : Propriétés physiques des Papiers Imprimerie Saint-Bruno, Grenoble.

suite, nous avons utilisé une méthode très voisine de cette dernière, c'est la méthode de détermination de l'indice de chlore "Enso". Nous avons observé une bonne concordance des résultats obtenus par ces deux méthodes.

Indice de chlore "Enso" -

10 gr. de pâte séchée à l'air (siccité 90 %) sont mis à tremper dans 250 cc. d'eau distillée. On les introduit dans un ballon de 1 litre avec 100 cc. de Ca O Cl_2 à 0,886 gr. de chlore actif au litre. On maintient 1 heure entre 35 et 40° et on agite tous les quarts-d'heures. On effectue un titrage en retour par une liqueur arsénieuse (liqueur de Penot) correspondant centimètre cube à centimètre cube à la liqueur de blanchiment. L'indice de chlore indique la quantité de chlore actif % absorbé par la pâte.

Cet indice permet par conséquent de savoir si l'on a affaire à une pâte facile à blanchir ou à une pâte dure. Nous avons préféré utiliser cette méthode qui suffit pour donner une indication sur l'aptitude d'une pâte au blanchiment de préférence à la méthode de Roë qui nécessite l'emploi du chlore gazeux. Les résultats relatifs aux expériences de Facture mentionnent cependant des valeurs d'indice de chlore (indice de cuisson) déterminés par la méthode de Roë : 2 gr. de pâte sèche sont placés sous une cloche en verre dans laquelle on fait arriver un courant de chlore gazeux. La cloche en verre est elle-même recouverte d'un récipient métallique afin d'éviter l'action des rayons ultra-violet qui ont une influence sensible sur les résultats. Au delà de 1 heure de contact, les chiffres trouvés ne varient pratiquement plus; l'excès de chlore est aspiré à la trompe. On lave avec 100 cc. d'eau distillée et dans les eaux de lavage, on titre l'acidité par la soude N en présence de méthylorange.

Nous ne donnerons pas ici le détail de la méthode de Sieber que nous avons expérimentée également mais qui nécessite la préparation de liqueurs ne pouvant se conserver longtemps, ce qui entraîne des pertes de temps notables lorsque les mesures d'indice de chlore sont quelque peu espacées.

Les laboratoires spécialisés dans l'analyse des pâtes utilisent également et parfois uniquement des méthodes d'oxydation par le permanganate. L'indice de permanganate donne le nombre de cc. de $\text{Mn O}_4\text{K N/IO}$ absorbable par 1 gr. de pâte à 88 % de siccité.

Notre intention, en essayant d'utiliser la méthode de Björkmann sur nos pâtes, était la même que celle qui nous avait poussés à expérimenter la méthode de Sieber : essayer - grâce aux graphiques qui donnent la correspondance indice de permanganate - lignine - de se faire une idée sur le degré de délignification de la pâte. Malheureusement, nous nous sommes heurtés à bon nombre de difficultés :

- d'une part, cette méthode exige des conditions opératoires excessivement strictes. Elle n'a pas fait l'objet d'une standardisation définitive, en particulier en ce qui concerne l'agitateur rotatif à employer, le temps de contact avec le permanganate qui est extrêmement court (30 minutes), etc ...
- d'autre part, les graphiques sont loin d'être infailibles et nos connaissances sur la chimie de la lignine sont encore beaucoup trop insuffisantes, surtout en ce qui concerne ces végétaux, pour nous permettre de conclure avec certitude au fait que le permanganate a été réduit par des substances s'apparentant à la lignine du bois.
- enfin le temps de contact étant très court et nos pâtes étant souvent difficiles à remettre en suspension dans un liquide du fait des cellules de moëlle qui collent les fibres entre elles, nous avons observé le plus souvent que l'attaque par le permanganate n'était pas parfaite, ce qui entraîne des erreurs qui peuvent être lourdes.

C'est pourquoi nous n'avons donné que quelques résultats d'indice de permanganate (les plus sûrs) et encore sous toute réserve. Il faut faire une exception cependant pour les résultats obtenus dans les laboratoires de la Cellulose du Pin qui, malgré que les pâtes se soient comportées de la même manière dans la

détermination de l'indice, peuvent être considérés comme se rapprochant plus de la réalité; ces laboratoires utilisent en effet une méthode préconisée par la T.A.P.P.I. dans laquelle le temps de contact avec le permanganate atteint 5 minutes.

Nous ne donnerons pas ici le détail de cette méthode qui repose sur les mêmes principes que la méthode de Björkmann, les conditions opératoires ayant été fixées de façon très stricte afin de permettre le plus de certitude possible dans les résultats.

Indice T.A.P.P.I. -

On prend 4 gr. de pâte (sur 4 gr., on détermine la siccité), on les met dans un bécber de 600 cc. avec 300 cc. de $\text{SO}_4\text{H}^2\text{N}$ et 50 cc. $\text{Mn O}^4\text{K N/IO}$. Un agitateur tournant homogénéise la masse; le temps de contact est de 5 minutes après lesquelles la réaction est arrêtée par 50 cc. de solution de sel de Mohr, l'excès est dosé par $\text{Mn O}^4\text{K N/IO}$ (température : 20° ; vitesse de rotation de l'agitateur 700 t. min.)

Cette deuxième méthode, qui donne des résultats concordant parfaitement avec ceux de la méthode de Sieber, est certainement préférable à celle de Björkmann qui utilise une concentration insuffisante en acide sulfurique pour obtenir un blanchiment complet. Il est à noter que l'influence du degré de désintégration a un rôle d'autant plus important que le temps d'attaque est plus court, or il n'est pas encore intervenu de normalisation à cet effet.

Ce qui nous avait poussés à donner ici des valeurs d'indice de permanganate, c'est surtout le fait que le chlore et le permanganate n'ont pas la même action sur la pâte.

Le chlore gazeux agit sur la lignine en donnant des chloro-lignines et a peu d'action sur les matières colorantes qui, dans un blanchiment industriel, sont détruites par l'hypo-chlorite. Les oxydants (méthode de Sieber, Björkmann). agissent également sur les substances annexes non sans danger d'ailleurs d'une altération de la cellulose.

Si les résultats de nos indices de permanganate avaient été plus satisfaisants, il eut été intéressant de prendre successivement l'indice de Roë donnant une idée de la proportion de lignine qui était restée dans la pâte, et de faire suivre cette mesure d'un indice de permanganate effectué sur la pâte déjà traitée au chlore et indiquant les substances non éliminables par le chlore gazeux mais détruites par oxydation.

Pour ce qui a trait au blanchiment et au dosage des pentosanes, nous renvoyons aux ouvrages qui traitent de cette question (voir en particulier LEVY-HULOT en ce qui concerne les pentosanes).

Dosage de l' α -cellulose -

On distingue dans la cellulose brute, l' α -cellulose résistant aux alcalis et donnant à l'hydrolyse acide le maximum de sucre en C^6 , la β -cellulose genre d'oxycellulose assez hydrolysable et solubilisée par les oxydants énergiques, et enfin la γ -cellulose peu fibreuse s'hydrolysant aisément en hexosanes et pentosanes et de valeur médiocre au point de vue papetier.

L'épreuve d' α -cellulose est utilisée à deux fins bien distinctes :

- 1°- L'analyse des pâtes pour viscose dans le but de déterminer leur rendement au trempage.
- 2°- Plus généralement, la mesure de la fraction de "cellulose résistante" dans les celluloses industrielles.

Les lessives de soude éliminent une partie des non celluloses : semi-cellulose, résidu de lignine - il faut noter que des traces de pentosanes et de lignine restent cependant dans la pâte - et la fraction de cellulose à chaîne courte qui peuvent provenir d'une hydrolyse ou d'une oxydation au cours des traitements.

Les fractions non cellulosiques et les celluloses à faible degré de polymérisation dissoutes par les lessives de soude de concentration variable ne sont pas constantes. Il ne faut donc voir dans l'expression: α -cellulose qu'une dénomination purement conventionnelle ne correspondant pas à une individualité chimique et dans le dosage d' α -cellulose qu'un procédé de valeur technique indiscutable bien que reposant sur des données scientifiques peu précises.

Nous avons utilisé, dans nos déterminations, la méthode indiquée par C. DOREE (1). Cette méthode se trouve reproduite dans le livre d'Emil OTT sur la cellulose et ses dérivés.

Le Centre d'Etudes du Bouchet a étudié tout particulièrement l'influence du degré de division de la pâte avant son attaque par la soude caustique; c'est en effet l'un des facteurs principaux dont dépend la régularité des résultats. La plupart des auteurs étrangers sont favorables à une division très poussée de la matière : échantillons rapés, effilochés, broyés dans un appareil spécial, etc ... Nous avons utilisé des échantillons rapés.

CONCLUSION

Les méthodes utilisées dans les essais physiques ne risquent pas d'entraîner des déboires, mais il n'en est pas de même des méthodes d'analyses chimiques des pâtes. Nous avons vu en effet précédemment que la constitution chimique des végétaux étudiés est actuellement fort peu connue. Une étude de cette constitution serait donc nécessaire pour pouvoir appliquer en toute sûreté telle ou telle méthode d'analyse, et il nous a malheureusement été impossible de pousser suffisamment loin cette étude qui, à elle seule, pourrait faire l'objet d'une thèse.

(1) - G. DOREE, "The methods of cellulose Chemistry", p.245,342.

I. SORGHOS A BALAIS

Nos essais ont porté comparativement sur plusieurs variétés de sorghos à balais ou à graines :

- sorghos métropolitains { a - sorgho de la Vallée du Rhône.
(b - sorgho de la Gironde (Barie)
- sorghos africains : Sorgho blanc (A) provenant de la ferme école de M' Pesoba, cercle de Koutalia.

A - Sorghos français (cuisson à la soude sans pression).-

Le procédé à la soude sans pression a donné généralement satisfaction, bien que nous ayons rencontré plus de difficultés que dans les essais effectués en 1941. Difficultés liées sans doute à l'extrême sécheresse de l'été 1945 pendant lequel avaient poussé les échantillons traités. La cuisson des noeuds était en effet plus malaisée. Ces difficultés rencontrées pour les sorghos de la Vallée du Rhône se sont trouvées accrues dans le cas des sorghos de la Gironde. En laissant tremper une nuit dans l'eau les fragments de sorghos nous n'avons pas obtenu d'amélioration sensible dans la cuisson. Par contre, en ne mettant pas dès le début de la cuisson toute la soude à utiliser dans la solution et en l'introduisant progressivement, on diminue la proportion d'incuits et on réduit la consommation de soude. Une élimination préalable des noeuds (comme on a coutume de le faire pour la paille) ne paraît pas indispensable mais améliorerait certainement les résultats.

Nous avons fait une série d'essais qui nous ont amenés à la conclusion qu'il est possible d'abaisser le pourcentage de soude employée aux environs de 6,5 % par rapport à la matière première sèche, sans élever fortement la quantité de noeuds incuits. Les pâtes obtenues sont très faciles à blanchir (Indice de chlore de l'ordre de 4 %) mais conservent une très légère coloration jaune après le traitement au chlorure de chaux.

(1) - DUPONT et ESCOURROU, Chimie et Industrie, 1941, Vol.45, p.405-416.

Les sorghos de la Gironde se comportent comme les sorghos de la Vallée du Rhône; la consommation en soude est la même et l'indice de chlore un peu plus élevé.

B - Sorghos Africains (cuisson à la soude).-

Nous n'avons pas rencontré autant de facilité dans la cuisson des sorghos africains, la partie externe de la tige résistant assez fortement à la désincrustation. Après un premier traitement à la soude sans pression, la matière première a dû être soumise à une cuisson complémentaire sous une pression de 2 à 3 kilos. Un simple traitement à la soude sans pression ne semble donc plus satisfaisant, et conduit à des pâtes insuffisamment désincrustées. La consommation en soude est nettement plus élevée que dans le cas des sorghos français et atteint 10 %; le rendement est de l'ordre de 55 %. L'emploi de la pression en fin de cuisson seulement donne un rendement un peu plus élevé que la cuisson directe sous pression.

Les difficultés que nous avons rencontrées dans la cuisson de ce sorgho sont en concordance avec les résultats donnés par l'examen microscopique des coupes transversales effectuées dans les tiges. Les sorghos coloniaux présentent un épiderme et une région sous-épidermique qui semblent plus lignifiés que dans les sorghos de la Vallée du Rhône, et la partie fibreuse entourant les faisceaux libéro-ligneux est plus développée.

Pour ces sorghos, comme pour les sorghos français, la pâte à papier obtenue est facile à blanchir (indice de chlore : 4 %) comme le montre l'essai 9 où la désincrustation est suffisante.

Pour les sorghos africains comme pour les sorghos français, les papiers obtenus ont une longueur de rupture de l'ordre de 6.000 mètres.

C - Sorghos français (traités à la potasse sans pression).-

Nous avons fait également quelques essais avec des sorghos de la Vallée du Rhône en utilisant comme agent désincrustant la potasse. L'intérêt de cet essai résidait dans l'emploi possible des liqueurs noires comme engrais. L'attaque s'est montrée un peu plus difficile. Les papiers obtenus ont des caractéristiques voisines de celles des papiers à la soude et la consommation en chlore est légèrement plus élevée. Pratiquement, il n'y aurait pas d'inconvénient à remplacer la soude par la potasse et l'on pourrait ainsi trouver un débouché pour les liqueurs noires dans lesquelles on ne peut en tout cas envisager la récupération de l'alcali vu leur grande dilution.

Utilisation des liqueurs noires.-

La récupération de l'alcali dans les liqueurs noires n'étant pas réalisable, il pouvait être intéressant d'essayer de les utiliser après les avoir remontées par l'addition d'une certaine quantité de soude ou de potasse fraîche lors de la désincrustation de nouvelles quantités de matière première.

Cette question avait d'ailleurs fait l'objet d'importantes études de MM. DUPONT et SOUM; celles-ci avaient donné des résultats tout à fait probants.

Nous avons pu vérifier en effet que la longueur de rupture des pâtes obtenues par ce procédé est plus grande pour une même consommation en soude; par contre, ce traitement ne permet pas d'obtenir une pâte aussi facile à blanchir.

II. TIGES ET FEUILLES DE MAÏS

Nous avons traité séparément les tiges et les feuilles. La cuisson des tiges s'effectue très facilement et donne une pâte très grasse avec un rendement plus faible que dans le cas des sorghos. Nous n'avons eu ici aucune difficulté avec les noeuds qui se laissent beaucoup plus aisément attaquer par l'alcali.

La consommation en soude n'a pu être abaissée en dessous de 7,5 %; la pâte, possédant un degré Schopper-Riegler élevé, la filtration se fait difficilement.

Pour les feuilles, la cuisson est encore plus rapide et la prédominance des cellules rondes apparaît encore plus nettement que dans les tiges, car la pâte obtenue filtre très lentement; ceci ne fait d'ailleurs que confirmer les indications que peut donner l'étude microscopique des maïs.

Les rendements sont moins élevés que pour les sorghos (55 % pour les tiges et 50 % pour les feuilles). Les papiers obtenus sont très résistants; la longueur de rupture atteint 7.500 mètres. L'indice de chlore n'est que très légèrement supérieur à celui trouvé pour les sorghos, mais les papiers obtenus contiennent une assez forte proportion de buchettes noires qu'il est plus difficile de faire disparaître complètement au blanchiment.

De sérieuses difficultés se sont présentées dans la fabrication des feuilles d'essai, la pâte étant toujours fort grasse comme nous l'avons indiqué précédemment.

III. BAGASSES DE CANNES A SUCRE

A - Cuisson à la soude sans pression.-

La consommation en soude, pour obtenir une matière suffisamment désincrustée, doit atteindre 8 % de la matière première sèche. Une macération d'une nuit dans l'eau ne nous a pas permis de faciliter l'attaque de la matière qui ne se laisse pas imprégner facilement et d'abaisser d'une façon sensible la quantité de soude consommée.

Le rendement atteint, comme pour les sorghos, 60 %.

Les pâtes obtenues sont faciles à blanchir (indice de chlore de l'ordre de 4 %), mais ici la coloration jaune qui subsiste après le traitement au chlorure de chaux est plus accentuée qu'avec les sorghos, même lorsqu'on emploie un fort excès de chlore; ceci ne s'est d'ailleurs produit en fait que pour des pâtes peu désincrustées et lorsque la consommation en soude dépasse 8 %, ces inconvénients disparaissent.

Un second passage au désintégrateur Lamort, à travers un tamis à trous plus fins, est nécessaire pour atteindre une longueur de rupture de l'ordre de 6.000 mètres; ce traitement provoque en effet un certain engraissement de la pâte; ces pâtes, d'ailleurs, présentent toutes une aptitude assez grande à l'engraissement.

B - Cuisson à la soude sous pression.-

Nous n'avons fait que deux essais sous pression, les résultats obtenus nous ayant montré qu'il y a avantage à opérer sans pression. La consommation en soude est sensiblement la même que dans le traitement sans pression; par contre, le rendement est plus faible et l'on enregistre un accroissement très sensible de l'indice de chlore; la coloration de la pâte paraît indiquer une caramélisation des sucres. Peut-être un traitement moins poussé permettrait-il d'éviter celle-ci ainsi que l'abaissement du rendement.

C - Traitement par le procédé nitrosodique.-

Le procédé consiste à faire précéder le traitement à la soude d'un traitement à l'acide nitrique dilué de concentration inférieure à 2 % (1). Les sucres et une partie des matières incrustantes étant ainsi éliminés, l'attaque à la soude se fait ensuite avec une plus grande facilité. Le procédé n'a pas donné de résultats satisfaisants. Si l'attaque à la soude est plus rapide que dans le traitement à la soude sans pres-

(1) - Chimie & Industrie, Mars 1941 (p.207-220), Vol.45, N° 3.

sion, la consommation n'est pas abaissée. Par contre, le rendement tombe à 40 % et la longueur de rupture diminue sensiblement.

Les dosages d' α , β et γ cellulose ont été effectués sur les pâtes suivantes :

	Soude consommée
1°- Sorgho de la Vallée du Rhône	5,9 %
2°- Sorgho de la Gironde	5,2 %
3°- Maïs (tiges)	7,5 %
4°- Bagasses	8,3 %

Les teneurs en α cellulose sont assez voisines, les maïs étant les plus riches en α -cellulose.

Les résultats sont les suivants :

	α	β	γ
Sorgho de la Vallée du Rhône	71,6	7,7	19,8
Sorgho de la Gironde	73,7	12,2	13,3
Maïs (tiges)	76,0	10,3	14,9
Bagasses	73,8	7,1	19,0

Il faut insister cependant sur le fait que les résultats obtenus dans les dosages d' α -cellulose ne sont pas sans valeurs tandis que ceux obtenus pour les β et γ -celluloses sont donnés sous toute réserve, la pâte obtenue contenant encore une certaine proportion de lignine; la plupart de nos laboratoires effectuent d'ailleurs rarement ces dosages de β et γ cellulose et a fortiori lorsqu'il s'agit de végétaux, car on rencontre de sérieuses difficultés que nous avons d'ailleurs déjà mentionnées au chapitre précédent.

CONCLUSION

Il résulte de cette série d'essais que, pour tous ces végétaux du point de vue rendement, consommation en soude et en chlore, résistance du papier, les meilleurs résultats ont été obtenus par le traitement à la soude sans pression; mais l'examen de ces pâtes au microscope nous a conduits à tirer des conclusions moins optimistes des essais effectués. La plupart de ces pâtes apparaissaient en effet, par le manque d'homogénéité de la coloration au chloro-iodure, comme insuffisamment désincrustées.

On pouvait noter en outre :

1°- Une forte proportion d'éléments accessoires par rapport aux fibres, point sur lequel nous avons déjà beaucoup insisté. Les pâtes de sorgho et de bagasse ressemblent en effet beaucoup aux pâtes de paille, les fibres sont courtes et les cellules parenchymateuses, épidermiques, qui n'ont pas de pouvoir feutrante, prédominant.

2°- Les quantités importantes de lignine qu'elles contenaient. Bien que les papiers obtenus montraient qu'il serait certainement possible de trouver une utilisation à ces pâtes, il était intéressant de rechercher aussi d'autres solutions du problème; parmi celles qui se présentaient alors à l'esprit nous indiquerons :

1°- La simple augmentation de la proportion de soude utilisée afin de parvenir à des cuissons plus homogènes.

2°- L'obtention de fibres destinées à être blanchies en envisageant d'éliminer la moëlle que contiennent ces végétaux.

3°- L'obtention de pâtes dures par un traitement à la chaux analogue à celui utilisé pour la paille.

4°- Les sucres ne pouvant être que gênants dans la fabrication du papier et les traitements de préhydrolyse étant maintenant au point, on pouvait envisager d'examiner à nouveau la possibilité d'une préhydrolyse de nos matières premières et d'essayer, par l'obtention d'un sous-produit, d'abaisser le prix de revient de la pâte. Si ceci n'est pas réalisable aux Colonies, tout au moins, était-il intéressant de savoir si le problème offrirait une solution pour les sorghos de la Métropole.

TABLEAU II

N° de l'essai	Matière première et siccité	TRAITEMENT à la SOUDE			Rendem. % en pâte sèche par rapport au bois sec	Indice de chlore	Résistance des fibres, longueur de rupture, allongement %		Poids au m ² Epaisseur moyenne de la feuille de papier	
		Employé	Consommé	Durée et température			Ecrue	Blanchie	Ecrue	Blanchie
SORGHOS TRAITES PAR LA SOUDE SANS PRESSION										
1 - SORGHO de la VALLEE du RHONE										
1	Tiges de sorgho à balai à 18 % d'humidité	6,6 %	4,8 %	3 h. à 100°	59,8 %	4,5 %	5.300 m. A 2,8 % SR 24	4.300 m. A 2,5 % SR 20	59 gr. <u>11</u> 100	57 gr. <u>11</u> 100
2		9,1 %	5,9 %	2 h. $\frac{1}{2}$ à 100°	60,4 %	4 %	4.500 m. A 2,8 % SR 24	5.300 m. A 2,7 % SR 24	57 gr. <u>12</u> 100	61 gr. <u>12</u> 100
3		6,5 %	5 %	3 h. à 100°	59 %	4,5 %	6.400 m. A 3,6 % SR 36	4.800 m. A 2,7 % SR 19	57 gr. <u>10</u> 100	48 gr. <u>10</u> 100
4		5,9 %	5 %	2h. $\frac{1}{2}$ à 100°	60 %	4,7 %	6.000 m. A 3,5 % SR 35	4.500 m. A 2,4 % SR 24	59 gr. <u>10</u> 100	52 gr. <u>10</u> 100
5		7,1 %	5,4 %	3h. $\frac{1}{2}$ à 100°	59,5 %	4 %	5.900 m. A 3,3 % SR 30	5.200 m. A 2,6 % SR 20	56 gr. <u>10</u> 100	47 gr. <u>10</u> 100
2 - SORGHO de la GIRONDE										
6	Tiges de sorgho à 13 % d'humidité	10 %	5,2 %	3 h. à 100°	59,8 %	7,3 %	5250 m. A 3 % SR 40	5.800 m. A 3,1 % SR 42	100 gr. <u>17</u> 100	88 gr. <u>16</u> 100
7		10 %	8 %	2 h. à 100°	45 %	13,4 %	4.600 m. A 3,3 % SR 32	5.200 m. A 4 % SR 35	97 gr. <u>15</u> 100	88 gr. <u>14</u> 100
3 - SORGHOS AFRICAINS										
8	Tiges de sorgho à 8,5 % d'humidité	9,8 %	8 %	3h. $\frac{1}{2}$ à 100°	62 %	7,2 %	5.300 m. A 3,6 % SR 44	3.550 m. A 2,75 % SR 43	135 gr. <u>15</u> 100	96,5gr. <u>9</u> 100
9(+)		15 %	10,2 %	3 h. $\frac{3}{4}$ à 100°	49,5 %	4 %	5.800 m. A 3,4 % SR 41	4.600 m. A 3,2 % SR 44	122,5gr <u>13</u> 100	110,5gr. <u>10</u> 100

N° de l'essai	Matière première et siccité	TRAITEMENT à la SOUDE			Rendem.% en pâte sèche par rapport au bois sec	Indice de chlore	Résistance des fibres, longueur de rupture, allongement %		Poids au m ² Epaisseur moyenne de la feuille de papier	
		Employé	Consommé	Durée et température			Degré Schopper-Riegler	Ecrue	Blanchie	Ecrue
4 - SORGHO AFRICAÏN TRAITE PAR LA SOUDE SANS, PUIS AVEC PRESSION										
10	Tiges de sorgho à 8,5 % d'humidité	sans pression 8 % sous 3 kg 2 %	10 %	2h.½ à 100° 2 h. sous 3 kg	57 %	8 %	5.440 m. A 3,4 % SR 39	4.000 m. A 3,6 % SR 38	130 gr. 15 100	82,5 gr. 7 100
11		sans press. 10 % sous 3 kg 2 %	12 %	3 h. à 100° 2 h.¾ sous 3 kg	55,5 %	6,5 %	5.770 m. A 3,65 % SR 36	4.640 m. A 3,35 % SR 34	130 gr. 5 100	101 gr. 10 100
5 - SORGHO de la VALLEE du RHONE TRAITE PAR LA POTASSE SANS PRESSION										
12	Tiges de sorgho à 18 % d'humidité.	7,9 %	6 %	3 h. à 100°	63 %	6,2 %	5.900 m. A 3,3 % SR 40	4.600 m. A 2,9 % SR 20	58 gr. 11 100	81 gr. 14 100
13		12,3 %	8,7 %	3 h. à 100°	59 %	4,8 %	6.650 m. A 2,7 % SR 41	5.500 m. A 3 % SR 25	59 gr. 10 100	74 gr. 14 100
6 - MAIS TRAITE PAR LA SOUDE SANS PRESSION										
14	Tiges de maïs à 10,6 % d'humidité	10,1 %	8,1 %	3 h. à 100°	53,3 %	4,5 %	6.100 m. A 2,7 % SR 39	4.000 m. A 2,4 % SR 21	59,6 gr. 10 100	78 gr. 13 100
15		8,3 %	7,6 %	3h.½ à 100°	57 %	6 %	7.500 m. A 2,2 % SR 39	3.400 m. A 1,9 % SR 17	88 gr. 13 100	78 gr. 13 100
16	Feuilles de maïs à 10,6 % d'humidité.	8 %	7,2 %	3 h. à 100°	49 %	4,6 %	7.200 m. A 2,1 % SR 45		115 gr. 14 100	
7 - BAGASSES DE CANNE A SUCRE TRAITEES PAR LA SOUDE SANS PRESSION										
17	Bagasses à 10 % d'humidité	15 %	9,2 %	3 h. à 100°	53,5 %		5.600 m A 3 %		82,5 gr.	
18		10 %	8,3 %	3 h. à 100°	59,4 %	4 %	4.900 m. A 2,3 % SR 24	5.600 m. A 2,3 % SR 23	90 gr. 15 100	86 gr. 15 100
				la même pâte après engraissement			6.500 m. A 2,3 % SR 32	6.000 m. A 2,3 % SR 31	77 gr. 11 100	88 gr. 12 100

N° de l'essai	Matière première et siccité	TRAITEMENT à la SOUDE			Rendem.% en pâte sèche par rapport au bois sec	Indice de chlore	Résistance des fibres, longueur de rupture, allongement %		Poids au m ² Epaisseur moyenne de la feuille de papier	
		Employé	Consommé	Durée et température			Degré Schopper-Riegler		Ecrue	Blanchie
							Ecrue	Blanchie	Ecrue	Blanchie
8 - BAGASSES DE CANNE A SUCRE TRAITEES PAR LA SOUDE SOUS PRESSION										
19	Bagasses à 10 % d'humidité	11,2 %	7,8 %	5 h. $\frac{1}{2}$ sous 4 kg	53 %	14 %	3.900 m. A 2,8 % SR 21	5.500 m. A 2,6 % SR 29	102 gr. $\frac{18}{100}$	86 gr. $\frac{12}{100}$
20		10 %	7 %	4 h. sous 3 kg	55 %	14,4 %	3.850 m. A 2,4 % SR 24	5.350 m. A 2,8 % SR 22	123 gr. $\frac{20}{100}$	85,6 gr. $\frac{14}{100}$
9 - ESSAIS DE DESINCRUSTATION AVEC UTILISATION DES LIQUEURS NOIRES										
A	Maïs	7,6 %	7,5 %		57,8 %	10,9 %	5.500 m. A 2 % SR 33	6.100 m. A 2 % SR 34	90 gr. $\frac{16}{100}$	80 gr. $\frac{15}{100}$
B	Sorgho	10 % KOH	8,8 % KOH		56,1 %	8,4 %	5.350 m. A 2,6 % SR 29	5.800 m. A 2,5 % SR 29	98 gr. $\frac{16}{100}$	86 gr. $\frac{15}{100}$
(+) - Prétraitement à la vapeur d'eau sans pression.										

N° de l'essai	Matière première et siccité	Traitem ^t à l'eau	Traitem ^t par NO ³ H	Traitem ^t par NA OH	Rendem.% en pâte sèche par rapport au bois sec	Indice de Chlore	Résistance des fibres, longueur de rupture, allongement %		Poids au m ² Epaisseur moyenne de la feuille de papier	
							Degré SCHOPPER-RIEGLER		Ecrue	Blanchie
							Ecrue	Blanchie	Ecrue	Blanchie
10 - BAGASSES TRAITEES PAR LE PROCEDE NITROSODIQUE										
21	Bagasses à 10 % d'humidité	1 heure à 100° (ExtrnSec 19 %)	1 h. $\frac{1}{2}$ à 0,8% dans la solution (Extr.sec 27,8 %)	1 h. $\frac{1}{2}$ Emp. 10 % consomm. 7,7 %	40 %	8,4 %	4.500 m. A 2,5 % SR 32	5.150 m. A 2,6 % SR 29	110 gr. $\frac{16}{100}$	97 gr. $\frac{14}{100}$
22			1 heure à 0,5 % dans la solution (Extr.sec 22,6 %)	1 h. $\frac{1}{2}$ Emp. 8 % Cons. 8 %	40,3 %	15,6 %	3.600 m. A 2,25 % SR 40	4.000 m. A 2,2 % SR 45	102 gr. $\frac{17}{100}$	91 gr. $\frac{16}{100}$

CHAPITRE V

FABRICATION DE PATES DE SORGHOS COLONIAUX

ESSAI D'ÉLIMINATION DE LA MOËLLE

I. TRAITEMENT DES SORGHOS COLONIAUX PAR LA SOUDE SANS PRESSION

Nous avons eu à notre disposition différentes variétés de sorghos coloniaux provenant du Soudan; nous avons donné précédemment les résultats obtenus avec l'une de ces variétés :

Sorgho blanc (A) provenant de la ferme école de M^e PESOBA, cercle de KOUTALIA

Dans les essais effectués, d'assez grosses difficultés s'étaient présentées, dues à la résistance de la partie externe des tiges à la désincrustation. L'emploi d'une quantité de soude plus importante que dans le cas des sorghos français s'était montré nécessaire.

De nouveaux essais ont été entrepris avec les variétés suivantes :

- 1°- Sorghum vulgare, variété rouge (Kinde rouge)
- 2°- Sorghum vulgare, variété blanche (Kinde Blanc) (B)
- 3°- Penicetum typhoidum (Sanio ou petit mil)

échantillons provenant de Ferkessedougou.

La variété blanche paraît convenir mieux que les autres à la fabrication de pâtes à papier. La désincrustation est plus aisée et le rendement supérieur à ce qu'il est pour les deux autres variétés.

Dans le petit mil, la partie externe de la tige résiste fort à la désincrustation; par contre, les noeuds s'attaquent assez facilement. La consommation en soude atteignait 8 % dans les essais effectués et ne pourrait être sensiblement abaissée sans que la cuisson des noeuds devienne très insuffisante. Au cours du traitement, la moëlle prend une coloration plus sombre, ce qui donne à la pâte obtenue une teinte jaune sale. Le blanchiment demande plus de chlore que celui des sorghos blancs.

Pour les sorghos rouges, le traitement par 10 % de soude donne une proportion d'incuits importante et, par passage au désintégrateur, on obtient un refus très grossier. Ce refus ne permettrait pas d'obtenir une bonne pâte, la désincrustation étant tout à fait insuffisante. Il faut atteindre une consommation d'au moins 10 % de soude pour obtenir un résultat satisfaisant, et même dans ce cas, la désintégration présente encore des difficultés et les plus belles fibres restent dans l'intérieur du désintégrateur Lamort, ce qui risque de donner une idée fausse de la qualité du papier obtenu. Ces résultats confirment néanmoins les constatations faites au cours de l'examen microscopique des coupes transversales des tiges de ces sorghos et suivant lesquelles la tige du sorgho rouge présente un plus grand degré de lignification.

Les sorghos blancs nous ont, au contraire, conduits à de très belles pâtes qui ressemblent beaucoup à celles obtenues à partir des sorghos de la métropole. La longueur de rupture varie entre 6.000 et 7.000 m. et le blanchiment se fait de façon satisfaisante avec une quantité de chlore voisine de celle utilisée dans le cas des sorghos métropolitains.

Les feuilles obtenues avec ces sorghos ont un très bel aspect; la feuille blanchie contient encore des impuretés, mais nous espérons voir disparaître celles-ci dans un traitement semi-industriel grâce aux moyens d'épuration de la pâte que l'on possède dans l'industrie et dont nous sommes dépourvus dans un laboratoire. La proportion de buchettes est relativement faible et celles-ci sont bien attaquées par le chlore. Il n'en est pas de même avec le petit mil, la proportion de buchettes s'étant avérée beaucoup plus grande et celles-ci paraissant résister plus vivement à l'action du chlore. Avec les sorghos rouges, les pâtes obtenues contiennent un nombre important de buchettes qui paraissent provenir des noeuds et sont très colorées; tous les sorghos possèdent des parties plus ou moins colorées en rouge, et dans cette variété le phénomène est encore plus marqué. Il ne semble pas cependant que ces colorations constituent un obstacle au blanchiment mais la consommation en chlore est supérieure à celle que nous avons notée avec les variétés blanches. Cependant, les papiers blanchis ont un très bel aspect comme ceux obtenus à partir des sorghos blancs.

II. RECHERCHE D'UN MOYEN D'ÉLIMINATION DE LA MOËLLE

INFLUENCE SUR LA QUALITÉ DES PAPIERS OBTENUS

Nous avons montré précédemment dans une étude micrographique de nos matières premières la forte proportion de moëlle contenue dans les végétaux que nous étudions. L'examen micrographique des pâtes nous a révélé également que les fibres se trouvant être ici relativement courtes, un excès d'éléments accessoires (cellules parenchymateuses, cellules scléreuses, batonnets, peignes, etc ...) risque fort d'abaisser considérablement la valeur papetière des pâtes obtenues.

Éliminer les éléments accessoires constitue un problème qu'il est certainement possible de résoudre mais qui entraîne nécessairement des complications dans la technique de fabrication.

Cette élimination a été réalisée en particulier en Amérique dans le traitement de la bagasse.

Il est possible d'envisager cette séparation à trois stades différents de la fabrication :

- 1°- On peut songer la réaliser avant tout traitement chimique par un moyen mécanique (tamisage, classement reposant sur la différence de densité entre moëlle et fibre, etc ...)
- 2°- On peut aussi essayer de la réaliser après la désincrustation des fibres et avant le passage dans la pile.
- 3°- On peut enfin songer à fabriquer d'abord une demi-pâte dans une petite installation. Ces demi-pâtes seraient ensuite dirigées vers des usines plus importantes chargées de les traiter en vue de l'élimination des éléments accessoires.

Ces traitements ayant pour effet d'abaisser le rendement en pâte à papier, il serait bon de prévoir une utilisation possible de la partie ainsi éliminée. C'est ainsi qu'en Amérique, la moëlle des bagasses est utilisée dans l'industrie des explosifs.

Il ne semble pas cependant qu'après traitement chimique, cette partie présente un gros intérêt et, d'autre part, lors du traitement chimique, elle consomme une quantité importante de soude au détriment de la fraction fibreuse des tiges.

Malheureusement, le traitement mécanique préalable - tout au moins en ce qui concerne de petites installations - ne peut être envisagé que dans le cas des bagasses qui se trouvent déjà dans un état très divisé à l'origine.

Voyons maintenant les résultats que nous avons obtenus dans nos essais d'élimination de la moëlle.

I. BAGASSES

A) Elimination avant cuisson.-

Nous avons essayé de détacher les parties de moëlle qui adhèrent aux fibres par passage dans une meule à axe horizontal mais nous n'avons pu par ce moyen obtenir une bonne séparation.

L'utilisation d'un broyeur Forplex donne des résultats plus satisfaisants. Le broyage a été effectué à travers une plaque percée de trous de 1 mm. de diamètre. Le produit brut obtenu peut être séparé en deux fractions à l'aide d'un tamis de 50. La partie qui passe à travers le tamis représente 27 % de la bagasse broyée.

L'élimination de la moëlle est malheureusement assez imparfaite; si la fraction passant à travers le tamis contient relativement peu de fibres, par contre il reste sur le tamis des morceaux de moëlle en assez forte proportion. Il semble donc bien qu'un tamisage ne suffit pas pour effectuer une bonne séparation et qu'il faudrait mettre à profit la différence de densité existant entre la moëlle et les parties fibreuses.

Le traitement de la partie fibreuse retenue par le tamis a été effectué par la soude sans pression. Il n'a pas été constaté d'amélioration sensible dans la cuisson malgré la beaucoup plus grande division de la matière et l'augmentation du rapport solide-liquide. Le passage dans le désintégrateur Lamort avec le tamis le plus fin (8/10 mm.) n'est pas aussi facile que nous l'escomptions si l'on en juge par le refus (53 gr.) et la matière est déjà suffisamment divisée pour passer à travers les trous sans subir une désintégration suffisante. Les feuilles contiennent de ce fait un grand nombre de buchettes.

Le passage de la pâte à la pile Guillemain permet de faire disparaître ces buchettes et le refus du désintégrateur Lamort ne résiste pas au traitement par la pile. Nous avons obtenu ainsi une belle pâte mais l'engraissement est rapide et au bout d'une demi-heure, le degré Schopper-Riegler atteint déjà 78. Il n'a malheureusement pas été possible de faire des feuilles avec cette pâte, celles-ci se déchirant lorsqu'on les détache du tamis de la formette.

B) Elimination après cuisson.-

D'autres essais portant sur les bagasses ont eu pour but d'éliminer la moëlle après cuisson de celles-ci dans la soude. Nous avons opéré ici comme dans le cas des sorghos mais l'élimination est plus difficile; la moëlle reste encore accrochée aux fibres après le traitement par la soude et il a été nécessaire, pour obtenir une bonne séparation, de la détacher au préalable à l'aide d'un agitateur rotatif tournant à 3.000 t.min.

Par ce procédé, on arrive à éliminer une fraction de la moëlle qui représente 8,4 % de la matière première sèche. Cette moëlle n'est d'ailleurs pas totalement exempte de fibres, une partie des fibres étant en effet disséminées dans la moëlle comme nous l'avons vu dans l'examen des coupes au microscope et ces fibres paraissant être plus courtes que celles de la partie externe de la tige.

Dans ces essais, nous avons toujours utilisé la pile Guillemain. Comme nous l'avons dit précédemment, l'engraissement est rapide et la pâte contient des buchettes si l'on ne veut pas avoir un degré Schopper trop élevé. L'élimination de la moëlle a entraîné un abaissement de la longueur de rupture des papiers obtenus.

II. SORGHOS

Avec les sorghos, nous n'avons pu effectuer l'élimination de la moëlle qu'après traitement chimique de ceux-ci. Nous avons utilisé en général le procédé à la soude sans pression; parfois, le procédé mixte qui consiste à déterminer le traitement sous une pression de 3 à 4 kg.

La cuisson terminée, après élimination de la liqueur noire, la masse fibreuse est mise en suspension dans l'eau afin d'effectuer une première séparation des fibres. Puis elle est portée par fraction sur un tamis de 20 et soumise à l'action d'un jet violent. Les cellules de moëlle sont recueillies à leur sortie du tamis de 20 sur un tamis 35 qui les retient en totalité.

La séparation est ici beaucoup plus efficace et plus parfaite que dans le cas des bagasses. La moëlle recueillie sur le tamis inférieur est pratiquement exempte de fibres et, inversement, les fibres de la partie extérieure de la tige tout au moins se détachent très aisément de la moëlle, celles qui sont incluses dans la moëlle étant plus difficiles à séparer.

Nous avons éliminé par ce procédé une fraction représentant :

- pour les petits mils	7 à 8 % par rapport à la matière sèche
- pour les sorghos blancs	10 %
- pour les sorghos rouges	3 % environ

L'emploi de la pression abaisse la proportion de moëlle recueillie; celle-ci paraît être dans ce cas plus vivement attaquée et donner des parcelles cellulosiques très fines qui sont éliminées au lavage.

Alors que pour les petits mils l'élimination de la moëlle ne semble pas donner une amélioration sensible de la qualité des papiers obtenus, pour les sorghos blancs au contraire, nous avons atteint des longueurs de rupture dépassant 7.000 m.

Mais la longueur de rupture ne constitue pas une caractéristique suffisamment précise de la valeur des papiers et nous avons voulu compléter ces données par des valeurs comparatives de la résistance à la déchirure et à l'éclatement pour des papiers fabriqués à partir de pâtes brutes et de pâtes exemptes de la plus grande partie de la moëlle.

Etude des pâtes obtenues :

Nous avons fait une série de déterminations dont les résultats sont donnés dans le tableau ci-après.

Il est à noter que, malgré l'emploi de quantité de soude plus importante que dans nos précédents essais, la teneur en lignine des pâtes est encore assez élevée. Conserver 5 à 6 % de lignine dans la pâte est cependant indispensable si l'on veut ne pas altérer la cellulose dans le traitement chimique.

Ces résultats concordent mal avec ceux obtenus pour l'indice de permanganate. La difficulté de réhydratation de la pâte qui peut avoir comme conséquence un abaissement de l'indice de permanganate et un accroissement du résultat obtenu par la méthode sulfurique, difficulté que nous avons constatée à maintes reprises, ne semble pas suffire à expliquer cette discordance. Il existe une échelle domant pour chaque valeur de l'indice de permanganate la teneur en lignine correspondante de la pâte; il faudrait conclure alors à 1 à 2 % de lignine.

Le peu de connaissance précise que nous avons sur la constitution chimique de la lignine et plus particulièrement sur les matières incrustantes de ces végétaux annuels ne nous permet pas de donner une explication de cette discordance. La méthode sulfurique nous paraît cependant pouvoir donner des résultats plus sûrs. Quant à l'indice de permanganate, la méthode T.A.P.P.I. (1), qui fixe un mode opératoire très strict, donne certainement des résultats plus conformes à la réalité.

TABLEAU III

Essai	Indice de Mn O ₄ K		Indice de Sieber	Lignine	Pentosanes	Cendres
	Ecrue	Blanchie				
27	66	I2	65.I	II %	28.9 %	2.3 %
28	-	I5	-	IO %	32.6 %	2.4 %
29	67	I2	6I.4	6 %	34.9 %	-
30	56	7.5	56.6	8.7 %	28.3 %	2.9 %
3I	7I.5	I7.5	68.7	7 %	30.8 %	2.8 %
32	65.5	9.5	60.I	6.4 %	33.2 %	2.9 %
33	86.5	2I.5	-	-	28.2 %	2.I %
34	8I	IB.5	-	8.I %	33.2 %	2.2 %

TABLEAU IV

SORGHOS COLONIAUX TRAITES PAR LA SOUDE SANS PRESSION

N° de l'essai	Matière première et siccité	Traitement à la soude			Rendem. % en pâte sèche par rapport au bois sec	Indice de Chlore	Résistance des fibres, longueur de rupture, allongement % Degré Schopper-Riegler		Poids au m ² Epaisseur moyenne de la feuille de papier	
		Employé	Consommé	Durée et température			Ecrue	Blanchie	Ecrue	Blanchie
23	Petits mils à 10,8 % d'humidité	9,9 %	7,8 %	3h. $\frac{3}{4}$ à 100°	60,6 %	8 %	6.000 m. A 2,9 % SR 30	6.350 m. A 2,8 % SR 35	70 gr $\frac{13}{100}$	50 gr $\frac{10}{100}$
24	Sorgho blanc (B) à 10 % d'humidité	9,8 %	7,7 %	3 h. à 100°	61 %	4,9%	5.800 m. A 2,8 % SR 25	6.700 m. A 3,1 % SR 28	75 gr $\frac{14}{100}$	56 gr $\frac{10}{100}$
25	Sorgho rouge à 11 % d'humidité	9,9 %	8 %	3h. $\frac{1}{2}$ à 100°	54,2 %	10,7%	4.200 m. A 2 % SR 24	6.900 m. A 2,2 % SR 38	61 gr. $\frac{13}{100}$	53 gr $\frac{10}{100}$
26	Sorgho blanc (A) à 8,5 % d'humidité	15 %	11 %	4h. $\frac{1}{2}$ à 100°	54,5 %	5,8%	5.600 m. A 2,7 % SR 28	6.800 m. A 2,4 % SR 30	73 gr $\frac{14}{100}$	57,5 gr $\frac{10}{100}$

(1) - Méthode utilisée par les laboratoires des Usines de la cellulose du Pin.

TABLEAU V

I - PETITS MILS.

N° de l'essai	Matière première et siccité	Traitement à la soude			Rendem.% en pâte sèche par rapport au bois sec	Indice de Chlore	Résistance des fibres, Longueur de rupture, allongement % Degré Schopper-Riegler		Poids au m ² Epaisseur moyenne de la feuille de papier	
		Employé	Consommé	Durée et température			Ecrue	Blanchie	Ecrue	Blanchie
27	Petits mils à 10,8 % d'humid- ité	15 %	12,3 %	2 h. à 100°	52,5 % moëlle éli- minée 6,8 %	4,3 %	4.200 m. A 2,8 % SR 20	6.400 m. A 3,1 % SR 22	66,5 ^{gr} <u>13</u> 100	53,5 gr <u>10</u> 100
28	d°	8,8 %	sans press. 7,7% sous prese. 0,8%	2h $\frac{1}{2}$ à 100°	53 %	6,7 %	4.900 m. A 2,6 % SR 18	6.250 m. A 3,2 % SR 19	54 gr. <u>11</u> 100	57 gr <u>11</u> 100
				2 h. à 140°	moëlle éliminée 8,3 %					
2 - SORGHO ROUGE										
29	Sorgho rouge à 11 % d'humidité	15,1 %	10 %	3h. $\frac{1}{2}$ à 100°	47 % moëlle éliminée 4,4%	7 %	6.350 m. A 2,7% SR 30	5.500 m. A 3 % SR 35	70 gr. <u>14</u> 100	52,5 gr <u>10</u> 100

TABLEAU VI

3 - SORGHO BLANC (B)

N° de l'essai	Matière première et siccité	Traitement à la soude			Rendem. % en pâte sèche par rapport au bois sec	Indice de Chlore	Résistance des fibres, longueur de rupture, allongement % Degré Schopper-Riegler		Poids au m ² Epaisseur moyenne de la feuille de papier	
		Employé	Consommé	Durée et température			Ecrue	Blanchie	Ecrue	Blanchie
30	Sorgho blanc à 10,4 % d'humidi- té	14,7 %	9,4 %	5 h. à 100°	57 % moëlle éliminée: 6,4%	3,3 %	7.250 m. A 31 % SR 18	7.000 m. A 3,1 % SR 24	58 gr <u>10</u> 100	50,5 gr <u>9</u> 100
31	d°	10,4 %	sans press. 7,6 % sous press. 1,8 %	3h. $\frac{1}{2}$ à 100° 2 h. à 140°	55,6 % moëlle éliminée: 4,5 %	4,6 %	7.000 m. A 3,8 % SR 25	7.650 m. A 3,8 % SR 33	64,5gr <u>12</u> 100	57 gr. <u>10</u> 100
32	d°	10,3 %	8 %	6 h. à 100°	51,1 % moëlle éliminée: 11,1 %	4,6 %	6.150 m. A 3,6 % SR 23	7.000 m. A 5,3 % SR 26	62 gr. <u>11</u> 100	65,5 gr <u>12</u> 100

TABLEAU VII

4 - BAGASSES

N° de l'essai	Matière première et siccité	Traitement à la soude			Rendem. % en pâte sèche par rapport au bois sec	Indice de chlore	Résistance des fibres, longueur de rupture, allongement %		Poids au m ² Epaisseur moyenne de la feuille de papier	
		Employé	Consommé	Durée et température			Ecrue	Blanchie	Ecrue	Blanchie
33	Bagasses à 10,8% d'humidité	10,4%	8,7 %	4h. $\frac{1}{2}$ à 100°	51 % moëlle éliminée 8 %	6 %	3.900 m. A 1,8 % SR 21	4.300 m. A 2,2 % SR 30	57 gr. $\frac{10}{100}$	59 gr. $\frac{10}{100}$
34	-d°-	15,8%	10,6%	4h. $\frac{1}{2}$ à 100°	45 % moëlle éliminée 8,5 %	5,9 %	3.100 m. A 1,8 % SR 22	4.900 m. A 2,2 % SR 35	63,5 gr. $\frac{12}{100}$	52 gr. $\frac{9}{100}$
35	-d°-	8,9%	8,1%	3h. $\frac{1}{2}$ à 100°	71 % par rapport à la bagasse tamisée.	6 %	5.150 m. A 2,3 % SR 40	6.050 m. A 2 % SR 50	57 gr. $\frac{10}{100}$	49 gr. $\frac{8}{100}$

TABLEAU VIII

Essai	Matière première	Force	Déchirure	Eclatement	Pliage	Blancheur Pulfrich
3	Sorgho (Vallée du Rhône)	55	23	30	68	-
12	" " " "	53	14	28	60	-
36	Mais (sans moëlle)	47	25	27	48	76
24	Sorgho blanc (A) (avec moëlle)	57	33	30	68	-
32	Sorgho blanc (A) (sans moëlle)	57	45	26	37	78
25	Sorgho rouge (avec moëlle)	73	38	II	4	-
29	Sorgho rouge (sans moëlle)	55	46	25	18	80
34	Bagasse E	63	52	21	I	-
34	" B	52	50	22	I	72
35	" E	57	42	17	3	-
35	" B	49	40	17	3	71
27	Petit mil E	66	61	25	7	-
27	" " B	53	56	28	15	76,3
28	" " E	54	70	30	9	-
28	" " B	57	65	31	18	77,8
31	Sorgho blanc E	64	78	45	200	-
31	" " B	57	75	49	180	78,8
30	" " E	58	64	43	50	-
30	" " B	50	58	44	23	78,5

E - Ecrue B - Blanchi

CONCLUSION

De cette deuxième série d'essais de laboratoire et des essais physiques effectués sur les papiers obtenus, nous avons conclu que seuls les sorghos africains de la variété blanche nous ont donné des résultats vraiment satisfaisants.

Pour les sorghos africains (B), un traitement mixte à 100°-140° avec élimination de la moëlle nous a permis d'obtenir respectivement une déchirure, un éclatement et un pliage de l'ordre de 75,49 et 200; la longueur de rupture atteint 7.000 m.

L'élimination de la moëlle apporte une nette amélioration à la déchirure mais celle-ci n'est cependant pas suffisamment sensible pour présenter un réel intérêt.

Les petits mils, malgré leur constitution plus fibreuse, ne donnent ni à l'éclatement ni à la déchirure les résultats que l'on aurait pu escompter. Nous avons indiqué précédemment que la feuille blanchie n'avait pas un aussi bel aspect que la feuille de sorgho blanc par suite de la présence de buchettes légèrement colorées en jaune.

Enfin, les sorghos rouges qui donnent une très belle pâte blanchie ne nous ont pas donné de papiers aussi résistants que la variété blanche; mais nous insistons sur le fait que nous avons toujours eu un gros refus au désintégrateur Lamort; ce refus contient forcément une partie des plus belles fibres et il serait nécessaire ici de pouvoir traiter la pâte en pile pour pouvoir donner des résultats tout à fait corrects. Le point le plus délicat paraît être la cuisson qui nécessiterait une proportion de soude atteignant 15 % par rapport à la matière première sèche.

En ce qui concerne l'élimination de la moëlle, nous ne croyons pas que les résultats obtenus soient de nature à faire envisager la poursuite de recherches dans ce sens, sauf pour les bagasses où le prétraitement de la matière première serait industriellement infiniment plus simple (1).

Nous ne sommes pas parvenus au laboratoire à obtenir un classement satisfaisant des cellules de la moëlle et des fibres, mais industriellement la question a été résolue en Amérique, et il ne fait pas de doute que la différence de densité très sensible existant entre les fibres et la moëlle serait de nature à permettre une bonne séparation. Il conviendrait évidemment de trouver un usage à la moëlle dont l'élimination constitue une perte de rendement importante.

Nous verrons que les essais semi-industriels de Facture ont donné d'assez bons résultats en opérant sur la matière première brute. Les questions de filtration ne devraient pas présenter de difficultés, les mêmes problèmes s'étant présentés dans le travail des pâtes de pailles.

D'autre part, les éléments accessoires sont certes des non-valeurs au point de vue papetier, mais il faudrait que les fibres de sorghos soient beaucoup plus longues pour que, à elles seules, elles puissent donner un papier dont le pliage et la déchirure soient meilleurs.

(1) - La moëlle comprimée en bloc peut être utilisée pour le chauffage comme la bagasse elle-même. (E. SALVATORE, C.R.X° C.I. Ch. Rome 1938).

La moëlle peut également être utilisée en remplacement du bois dans les fabriques de dynamite. Synthetics and by-products, Vol.8, N° 9, Sept.1946.

CHAPITRE VI

PRÉHYDROLYSE-MACÉRATION A L'EAU DE CHAUX

Nous avons indiqué précédemment que le traitement des bagasses par la soude nécessitait l'emploi d'une quantité d'alcali relativement importante par rapport à celle utilisée dans la fabrication de la pâte de sorgho, bien que les consommations en soude dans le cas des bagasses soient encore inférieures à celles enregistrées dans la préparation des pâtes de bois. C'est pour ces raisons que nous avons orienté nos recherches vers l'application aux bagasses de procédé simples et peu coûteux, ce qui est essentiel en ce qui concerne les colonies.

Il est évident qu'avant de se lancer à fabriquer des papiers de belle qualité et des pâtes blanchies, il faut d'abord chercher à satisfaire toutes les demandes de pâte de 2ème qualité (emballage grossier, cartonnage, etc ...), et c'est seulement une fois cette condition remplie qu'il serait utile d'envisager l'installation d'usines destinées à la fabrication de pâtes pour l'impression.

Deux solutions étaient à envisager :

1°- La première consistait à faire subir à nos matières premières un pré-traitement d'hydrolyse en opérant avec ou sans acide. C'est à la suite d'essais dans ce sens que nous avons été amenés à appliquer le procédé de MM. SEAILLES et de NEYMAN consistant en une simple cuisson dans l'eau sous pression sans adjonction de réactifs chimiques.

2°- La seconde visait à l'application de la technique de macération des pâtes de paille, aux bagasses et au besoin aux sorghos, soit par l'emploi d'un lait de chaux comme on le fait dans l'industrie, soit par traitement à l'eau de chaux suivant la technique préconisée par G. BERTRAND et J. DELGA.

Ces méthodes présentaient en outre l'avantage d'escompter la récupération éventuelle de sous-produits dans les lessives résiduelles : furfurool et sucres dans le premier cas, et acide acétique dans le second.

Nous n'avons pas étudié le cas des sorghos qui, comme nous le verrons au chapitre VII (essais semi-industriels), ne nécessitent pas l'emploi de la pression tout en consommant des quantités de soude plus faibles que les bagasses.

Nous ne donnerons pas le détail des essais relatifs à la pré-hydrolyse. Nous indiquerons seulement quelques résultats dans le tableau IX.

I. ESSAIS D'HYDROLYSE ET DE PRÉHYDROLYSE SUIVIE D'UN TRAITEMENT ALCALIN

Ces prétraitements ne sont pas sans présenter de graves inconvénients; il est difficile en effet d'éviter une attaque plus ou moins profonde de la cellulose et il est donc rare que l'on puisse ménager suffisamment la fibre pour que son état se prête encore à la fabrication d'un papier possédant des caractéristiques physiques convenables.

Nous avons indiqué dans la bibliographie les références de quelques travaux effectués dans ce sens; les rendements n'atteignent pas 40 % et cet abaissement du rendement joint à celui des caractéristiques physiques risque de ne pouvoir être compensé par la récupération de sous-produits dans des lessives d'aillleurs fort diluées.

Les traitements de préhydrolyse n'ont donné aucun résultat digne d'intérêt et nous ne croyons pas que des solutions intéressantes puissent être à envisager grâce à eux.

II. TRAITEMENT DES SORGHOS PAR LA VAPEUR D'EAU SOUS PRESSION

Alors que la transformation de la cellulose en glucose est relativement difficile, la transformation des pentosanes en pentoses se fait facilement par cuisson avec de l'eau légèrement acidulée. Il résulte d'articles récents relatifs aux déchets cellulosiques :

- 1°- qu'il a été possible de réaliser l'hydrolyse des pentosanes en pentoses par la vapeur d'eau sous pression, sous l'action catalytique des acides organiques libérés pendant le chauffage (1).
- 2°- que sous une pression de 14 Hpz on peut arriver à obtenir également la transformation des pentosanes en furfural ainsi que l'acide acétique et le méthanol dans l'hydrolyse des bois (2). Ce traitement est précédé d'une lixivation à l'eau chaude afin d'éliminer les sels minéraux solubles.

Il était donc intéressant :

- 1°- d'essayer d'obtenir du furfural comme sous-produit de fabrication de notre pâte à papier.
- 2°- de voir l'influence de ce traitement sur la qualité de ces pâtes.

Nous avons déterminé au préalable la proportion de pentosanes contenus dans les végétaux étudiés (Méthode de Tollens); elle varie entre 15 et 20 % par rapport à la matière sèche. Les feuilles de maïs sont les plus riches en pentosanes. Les sorghos et bagasses donnent environ 16 % de furfural.

Traitement des sorghos.-

Nous avons fait monter un dispositif permettant de mettre les sorghos en contact avec de la vapeur d'eau sous pression pendant un temps déterminé, puis de détendre cette vapeur dans un réfrigérant pour recueillir le liquide condensé.

L'appareil utilisé comprend deux autoclaves en série. Le premier contient de l'eau; il sert à produire la vapeur d'eau sous pression. Le deuxième contient la matière première. Lorsque la pression atteint 12 Kgs dans le premier autoclave, on met en communication avec le deuxième et on laisse sous pression 10 minutes. Puis on détend dans le réfrigérant (durée de l'opération 10 à 15 minutes). On répète l'opération un certain nombre de fois.

Résultats.-

Ils ont été peu satisfaisants; la proportion de furfural obtenue est très faible (de l'ordre de 0,5 %). Le traitement ultérieur à la soude donne un papier dont la résistance est sensiblement la même que celle des papiers obtenus directement. Le temps de cuisson est plus court, 2 heures suffisent. Mais le rendement n'est plus que de 45 %; d'autre part, la pression a pour effet de caraméliser les sucres; la pâte prend une coloration foncée et est plus difficile à blanchir (indice de chlore 13,4 % au lieu de 5 %). Il faut noter cependant que, dans l'hypothèse de fabrication de carton, cette solution serait peut-être à envisager. Pour les pailles, la Société Henkel et Cie G.m.b.H. avait mis au point un procédé dans lequel, après traitement

(1) - Rev. Gén. caoutch., Vol.21, N° 7, 1944, p.143.

(2) - Etude sur l'hydrolyse du bois aux E.-U. en 1943-44 (U.S. Forest Products).

de la paille par SO_4H_2 , 0,25N à 160°, le furfurool était entraîné à la vapeur d'eau. Puis la matière fibreuse était soumise à l'action de la chaux éteinte sous 3 atm. en vue de l'obtention de carton paille.⁽¹⁾ Nous ajouterons d'ailleurs, pour terminer, que nous n'avons pu travailler au laboratoire à une pression suffisante pour que la solution soit définitivement à rejeter.

III. CUISSON A L'EAU EN AUTOCLAVE

(Procédé Séailles et de Neyman) (2)

Ce procédé consiste à traiter les matières premières cellulosiques par l'eau sous pression; un réglage du temps de traitement et de la température en fonction l'un de l'autre permet d'obtenir une pâte cellulosique défibrée qui peut être traitée directement au meuleton ou à la pile raffineuse. Ici encore, ce sont les acides organiques du végétal qui interviennent, aussi la quantité d'eau utilisée n'est pas sans avoir une influence sensible sur les résultats.

En ce qui concerne les pâtes de bagasse que nous avons pu préparer, les rendements sont bien entendu élevés puisque la majeure partie des substances incrustantes reste dans la pâte; nous ne voyons cependant pas l'usage qui pourrait être fait de telles pâtes si ce n'est dans la fabrication de cartonnage grossier. Pour pouvoir donner un avis définitif, il faudrait pouvoir procéder à des essais de carton.

Pour ce qui est de la récupération des sous-produits, il est à craindre que la très grande dilution des lessives résiduelles ne conduise à des installations de concentration entraînant des prix de revient prohibitifs.

TABLEAU IX

ESSAIS AVEC PRÉHYDROLYSE ET PAR LE PROCÉDE SEAILLES ET DE NEYMAN

Essai N°		Rendement	Force	Rupture	Eclatement		Pliage	Déchirure	Degré S.R.
					Indice	Flèche			
36	Préhydrolyse sulfur. - 1 h. à 140°	31 %	58,4	2.600					
37	Préhydrolyse sulfur. - 30' à 150°	40 %	E. 68 B. 51	2.500 2.650	20 23	2,7 2,9	9 39	26 21	-
38	Préhydrolyse sulfur. - 2 h. à 100°	49 %	E. 62 B. 51,2	5.200 5.300	-	-	-	-	-
7	Vapeur d'eau sous pression - 2 h. à 100°	45 %	E. 97 B. 88	4.500 5.200	-	-	-	-	-
40	Eau sous pression ⁽¹⁾ - 30' à 180°	52 %	54	580	3	2,5	0	9	19
42	Eau sous pression ⁽¹⁾ - 3 h. à 160°	50 %	51	770	4	2,7	0	9	22
43	Eau sous pression - 3 h. à 140°	-	57	700	4	2,9	0	19	11

(1) - Le faible rendement peut s'expliquer par les pertes importantes à travers le tamis après meuletonnage.

E = Ecrue.

B = Blanchie.

IV. ESSAIS DE MACÉRATION DES BAGASSES DANS L'EAU DE CHAUX

Le mécanisme de la macération de la paille dans un lait de chaux a fait l'objet d'une note de MM. G. Bertrand et J. Delga en 1946 (3).

(1) Porphyre : Fabrication des pâtes de paille (1938-1939).

(2) - Des essais industriels avaient été effectués par les auteurs à Corbehen (Usines Beghin) dans un autoclave de 10 m³.

(3) - Memorial des Services Chimiques de l'Etat (1946), tome XXXII.

Le procédé de fabrication des pailles par macération dans un lait de chaux donne souvent des déboires, la paille pouvant être atteinte de pourriture. Après avoir montré que la composition immédiate de la paille macérée est presque la même que celle de la paille brute, les auteurs ont mis en évidence le fait que l'acide acétique qui se trouve vraisemblablement dans les tissus des végétaux à l'état d'esters de polyholosides est à peu près entièrement libéré.

Cette hydrolyse étant possible en l'absence de toute intervention microbienne, il était intéressant de voir si la simple désacétylation de la paille entraînait la possibilité d'obtention d'une pâte utilisable en papeterie. On évitait ainsi les risques de destruction fermentative de la paille qui, provoquant une élévation de température dans la masse, augmentait la vitesse de saponification des esters acétiques.

TABLEAU X

ESSAIS de MACERATION A LA CHAUX

Durée de meulonnage	Raffinage	Force	Rupture	Eclatement		Pliage	Déchirure	Degré S.R.
				Indice	Flèche			
ESSAI I - Rendement 90 %.								
3 h.	0	46	1770	9	2,3	0	16	20
4 h.	0	45	1810	13	2,3	1	14	24
5 h.	0	59	1830	10	2,6	1	24	25
5 h.	8.000 tours	51	2290	12	2,5	0	22	42
5 h.	16.000 "	51	2670	13	2,6	2	20	45
5 h.	32.000 "	53	2010	11	2,2	2	20	48
ESSAI II - Rendement 82 %.								
6 h.	0	57	1690	11	2,7	2	22	34
6 h.	32.000	56	2200	13	2,7	2	23	42
7 h.	0	55	2240	14	2,8	3	22	44
7 h.	8.000	53	2070	15	2,9	4	21	47
7 h.	16.000	57	2600	17	2,8	3	23	49
7 h.	32.000	57	2300	16	2,6	3	19	58

Les conclusions de ces travaux étaient les suivantes :

- 1°- Les actions chimiques utiles se réduisent presque totalement sinon entièrement à une libération, sous l'influence de la chaux, de l'acide acétique combiné aux polyholosides de la paille.
- 2°- L'emploi d'une solution saturée de chaux est préférable à celle d'un lait de chaux.
- 3°- On peut effectuer de bonnes macérations de paille dans l'eau de chaux à température ordinaire (10 à 15°) au bout d'un temps suffisamment long.
- 4°- Le liquide de macération contient de l'acide acétique sous forme d'acétate de calcium; on peut, en saturant à nouveau d'eau de chaux ce liquide, augmenter la teneur en acide acétique dans des proportions telles que la récupération soit possible industriellement.

Avant de procéder aux essais, nous avons déterminé la teneur en acide acétique des bagasses (comme il a été indiqué au chapitre II) 3,4 %, ainsi que la teneur en sucres réducteurs dans l'extrait aqueux avant hydrolyse (0,1 %) et après hydrolyse (0,3 %).

Les essais ont été effectués au Centre d'Etude du Bouchet où nous disposions d'une chambre à température constante et d'un meuleton pour traiter la pâte après macération.

Nous avons fait deux essais :

- le premier à la température de 22°C et terminé à 40°C (Durée 100 h., consommation en Ca O : 6,6 %)
- le deuxième entièrement à la température de 40°C (Durée 77 h., consommation en Ca O 11 %).

Dans chaque essai, nous avons opéré sur 1 Kg de bagasses à 12 % d'eau (soit 880 gr. sec); la bagasse a été mise au contact de 20 litres d'eau saturée de chaux (environ 1,2 gr. par litre). L'eau de chaux était changée chaque fois que l'alcalinité devenait inférieure à 0,6 gr. de chaux par litre (exprimé en Ca O). Nous avons suivi la macération en effectuant de nombreux prélèvements de liqueur et en procédant sur ceux-ci au dosage de l'acide acétique déplacé de l'acétate de Ca, par un acide et entraîné à la vapeur d'eau et de l'alcalinité ainsi qu'à la détermination de l'extrait sec et des cendres.

CONCLUSION

Ces essais nous ont montré qu'à 20° la macération n'avait pas été assez poussée pour obtenir un défilage suffisant; le papier contient de très nombreuses buchettes et la pâte se raffine mal.

L'essai à 40° a donné de meilleurs résultats mais pour obtenir une pâte bien défibrée, il faut un meulotage de longue durée, ce qui entraînerait des dépenses d'énergie importantes.

Nous remarquerons néanmoins qu'en prolongeant la macération, on arriverait probablement à obtenir une pâte plus facile à traiter et que, d'une part, le haut rendement obtenu, d'autre part, les faibles dépenses en réactif sont également de nature à diminuer sérieusement cet inconvénient.

CHAPITRE VII

ESSAIS SEMI-INDUSTRIELS DE FABRICATION DE PÂTES A PAPIER A PARTIR DE LA BAGASSE ET DU SORGHO

Procédé au sulfate.-

Toutes les indications que nous avons pu donner dans les chapitres précédents sont relatives à des essais de Laboratoires; il est malheureusement reconnu que l'on observe toujours des écarts notables entre la qualité du papier obtenu sur la formette d'un laboratoire et celle des feuilles que l'on fabrique avec les machines industrielles; pour une même pâte, ces différences sont déjà sensibles; a fortiori est-il encore plus difficile de se faire une idée précise de ce que seront les résultats lorsque, passant du Laboratoire à l'Usine, on travaille dans des conditions qu'il n'a pas été possible de réaliser exactement avec les moyens dont on pouvait disposer jusqu'alors.

Il faut donc se garder d'émettre des conclusions trop hâtives; seule une industrialisation d'un procédé permet d'émettre un avis nettement favorable sur la valeur de la matière première au point de vue papetier.

Nous avons donc entrepris, à la demande de l'Office de la Recherche Scientifique Coloniale, des essais semi-industriels aux Usines de la Cellulose du Pin à Facture. Leurs installations étant beaucoup trop importantes pour permettre la fabrication de papier sur leurs machines, une partie de la pâte a été dirigée ensuite vers l'Ecole Française de Papeterie, où il fut procédé à la fin du lavage des pâtes, au raffinage, au collage, au tirage sur machine et au calandrage.

La plupart de nos essais de Laboratoire avaient été effectués par le procédé à la soude; en usine, c'est le mélange soude-sulfure qui a été utilisé ce qui, là aussi, nous laissait présager des modifications dans les résultats, le procédé au sulfate permettant en effet de ménager la fibre et de lui donner une plus grande souplesse.

A - Essais dans un lessiveur de laboratoire :

Nous avons effectué au préalable au laboratoire une série de cuissons en obus, afin de préciser les conditions favorables pour la cuisson en usine. Jusqu'alors, les résultats acquis étaient, en effet, relatifs à des cuissons dans lesquelles nous avons utilisé la soude seule et non le procédé au sulfate.

Les cuissons ont été effectuées dans un lessiveur de laboratoire pouvant contenir 7 obus, ce qui nous a permis à chaque opération de faire 4 traitements de bagasse et trois de sorgho.

Un premier essai, qui avait été négatif, nous avait montré qu'il était nécessaire d'opérer à une dilution de 800 %.

Nous ne donnerons pas ici de détails sur ces essais dont les résultats sont résumés dans le tableau ci-après; il suffit de savoir qu'après interprétation de ces résultats, nous avons pu choisir les conditions dans lesquelles seraient effectués les essais semi-industriels. Pour les bagasses, il n'était pas possible de se contenter d'une cuisson à 100°, il fallait compter un minimum de 11 % d'alcali actif à 140° pour éviter des difficultés, soit au dépotage du lessiveur, soit dans l'épuration à la sortie des diffuseurs.

Pour les sorghos, le traitement à 100° avait donné des pâtes suffisamment désincrustées pour qu'on puisse l'envisager à condition de ne pas descendre en dessous de 8 % d'alcali actif.

Nous avons comparé les rendements obtenus à ceux que donnait le traitement à la soude seule, et nous en avons conclu qu'à 140° les rendements sont sensiblement les mêmes qu'à 100° avec la soude seule. Par contre, dans le traitement à 100°, nous avons enregistré une élévation du rendement d'environ 5 %.

Lessive blanche utilisée :

Na OH	: 116 gr. l	{	alcali total 133,6 gr. l
Na ² S	: 17,6 gr. l		
CO ³ Na ²	: 187,6 gr. l		
Sulfidité (1)	: 15,2 %		

TABLEAU XI

Essai	Végétal	Poids anhydre	NaOH %	Dilution	Na OH consommée		Rendement		Indice de cuisson ⁽¹⁾ (ou indice de Roë)		Indice de Permanganate ⁽²⁾	
					100°	140°	100°	140°	100°	140°	100°	140°
1	Bagasse à 88 % de siccité	45 gr.	7 %	800 %	7 %	7 %						
2	-	-	9 %	-	8,8 %	9 %	71,2 %	63,2 %	9,35	10,3	25,8	30,4
3	-	-	12 %	-	11 %	11,8 %	61,3 %	57,7 %	6,8	6,1	19,8	21,1
4	-	-	15 %	-	13 %	13,7 %	60 %	53,7 %	5,85	3,36	19,4	-
5	Sorghos à 87,5 % de siccité	-	7 %	-	7 %	7 %	68,5 %	65,8 %		7,6		29,3
6	-	-	9 %	-	8,8 %	9 %	65,3 %	61,8 %	2,63	4,17	17,5	21,7
7	-	-	11 %	-	10,2 %	10,7 %	63,8 %	59,1 %	2,31	1,52	16,7	14,8

Remarque : Les indices de cuisson n'ont ici qu'une valeur comparative. Le coefficient employé dans le calcul de l'indice de cuisson est en effet relatif aux pâtes de pin pour lesquelles on considère que la quantité d'acide chlorhydrique titrée dans les eaux de lavage correspond à 60 % du chlore fixé.

- (1) - Cet indice est défini p. 35 (Chap. III)
 (2) - " " " " p. 35 (" ")

(1) - Sulfidité = $\frac{\text{Na}^2\text{S}}{\text{NaOH}}$

B - Cuisson semi-industrielle :

a) Découpage : Pour les bagasses, le problème ne se pose pas, celles-ci se trouvant dans un état suffisamment divisé à la sortie de la sucrerie.

Pour les sorghos, le découpage a été effectué à l'aide d'une découpeuse Facel à laquelle fut adjoint un cache en bois afin d'éviter les projections de sorgho et afin de diriger les morceaux sur les tapis roulants conduisant au haut des trémies de chargement. Les morceaux obtenus avaient une longueur moyenne de 2 à 4 cm. Mais à la fin du découpage de chaque tige, il passait nécessairement un morceau qui atteignait souvent une dizaine de centimètres; les tiges se trouvaient à ce moment libérées par les rouleaux destinés à les faire progresser vers les couteaux et dont le mouvement est solidaire du mouvement des lames coupantes.

b) Siccité : Celle-ci a été déterminée une première fois d'après la moyenne des résultats obtenus à partir d'un certain nombre d'échantillons prélevés au départ des matières premières vers les trémies.

Puis la siccité a été déterminée une deuxième fois à partir de dix échantillons prélevés au cours du chargement des lessiveurs. Un échantillon moyen pris sur ces dix échantillons fut séché dans une étuve à courant d'air chaud afin d'obtenir un chiffre de base avant la mise en route de la cuisson. Ce résultat fut ensuite vérifié en prenant la siccité des 10 échantillons séparément.

Ces précautions étaient particulièrement nécessaires dans le cas des sorghos qui avaient été partiellement mouillés par la pluie quelques jours avant les essais ce qui rendait l'échantillonnage plus délicat.

c) Densité de chargement - tassement : La moyenne d'une série de mesures a donné :

Sorgho non tassé	2,7 Kg pour 50 l. soit 54 Kg au m ³
Sorgho tassé	3,7 - - - 74 Kg au m ³
Bagasse non tassée	57,5 au m ³
Bagasse tassée	102,5 au m ³

d) Poids de sorgho et de bagasse introduit dans les lessiveurs : La détermination des poids de bagasse et de sorgho a été faite en se basant d'une part sur le volume du lessiveur (capacité : 35 m³) et d'autre part sur le volume de la trémie.

e) Eau de dilution : Celle-ci fut introduite directement dans le lessiveur après avoir mesuré le débit à l'aide d'une bêche de 500 litres. Nous avons préféré faire pénétrer l'eau avant la lessive afin de réaliser une meilleure répartition de celle-ci. Sitôt l'eau introduite, le lessiveur fut muni de son couvercle et on lui fit pratiquer quelques rotations pour imbibber la masse du végétal en totalité.

Enfin, nous avons procédé à l'introduction de la lessive et à une nouvelle homogénéisation de la masse.

f) Conduite de la cuisson : les bagasses furent amenées à 140° après deux dégazages.

Il y eut quelques difficultés à maintenir la masse à 140°, l'opération ayant été effectuée dans des lessiveurs froids au départ, et les liquides introduits étant pratiquement à la température ambiante. C'est la raison pour laquelle nous avons prolongé la cuisson pendant 2 heures au lieu d'1 h. 1/2 car la température n'a pu être maintenue aux environs immédiats de 140° qu'en fin de cuisson. La température fut enfin amenée à 145° pour le dépotage; celui-ci s'effectua d'une façon très régulière.

Pour les sorghos, devant opérer à 100°, il ne fut pas possible d'effectuer une rotation continuelle. Une fois le palier atteint, il a été très facile de s'y maintenir en procédant à de fréquents dégazages. Toutes les dix minutes environ, la vanne de dégazage était fermée afin d'homogénéiser la masse par une ou deux rotations du lessiveur.

Pour réaliser le dépotage du lessiveur, il fallait élever la température du lessiveur jusqu'à 145°; cette opération fut conduite aussi rapidement que possible afin d'éviter de laisser trop longtemps les sorghos sous pression. Nous avons préféré cette solution à celle qui consistait à mettre le lessiveur en communication avec un autre lessiveur porté préalablement à une pression de 5 à 6 Kgs. Le faible pourcentage de soude restante et le peu de durée de la montée en température laissaient prévoir qu'il n'y aurait guère à craindre de caramélisation susceptible d'entraîner une augmentation de l'indice de chlore.

Lessive utilisée : Na OH 116,8 gr. lit.
 Na^2S 17,6 gr. lit.
 Sulfidité 15,1 %

	Essai sorgho	Essai bagasse
Densité humide	54	57
Densité sèche	42	45
Siccité	77,5 %	83,3 %
Poids anhydre	1.470 Kg.	1.575 Kg.
Soude	132 Kg.	220 Kg.
Lessive	134 gr.lit. (alcali total)	134 gr.lit. (alcali total)
Eau de dilution	11 m ³	11 m ³
Volume de lessive	1 m ³	1,640 m ³
Soude % introduite	9 %	14 %
- consommée	8,9 %	13,1 %
Na^2S restant	traces	0
CO^3Na^2 restant	15,4 gr.lit.	2,12 gr.lit.

g) Lavage : Le lavage dans les diffuseurs présenta certaines difficultés; le débit d'écoulement de la lessive noire était en effet très faible, encore plus faible dans le cas des bagasses que dans le cas des sorghos contrairement à ce que les essais de laboratoire laissaient prévoir.

Les pâtes furent sorties des diffuseurs après 20 h. de lavage pour l'essai de sorgho et 36 h. de lavage pour l'essai de bagasse.

La pâte de sorgho était très insuffisamment lavée contrairement à la pâte de bagasse dont l'égouttage fut poursuivi pendant une nuit.

A la sortie des diffuseurs, on préleva un poids de pâte humide correspondant environ à 200 Kg. de pâte sèche en vue d'essais de fabrication de papier.

ESSAIS DE LABORATOIRE SUR LES PÂTES OBTENUES EN USINE

La pâte prélevée dans les diffuseurs fut passée dans le désintégrateur Lamort où s'effectua en même temps la fin du lavage. Elle fut ensuite essorée afin d'éliminer le plus possible d'eau.

Essais de raffinage : Ils ont été effectués à l'aide d'un moulin Lampen. L'engraissement est produit par la rotation de l'appareil à une vitesse de 300 tours-minute; celui-ci contient une boule de bronze d'un poids de 10 Kgs.

Les essais sont effectués sur un poids de pâte correspondant à 24 gr. de pâte sèche; après un passage au désintégrateur (appareil de Clarke), la pâte est introduite dans le lampen avec 800 cc. d'eau afin d'obtenir une concentration de 3 %.

Les essais standard, 0 minute, 5 minutes et 120 minutes, ayant indiqué une amélioration très sensible des caractéristiques physiques des papiers par le raffinage sans que la pâte s'engraisse trop vite, on essaya également un raffinage de 180 minutes. Il semble qu'on ait alors dépassé le point optimum au-dessus duquel il y a abaissement des caractéristiques physiques.

Raffinage	Poids au m ²	Epaisseur	Main	Longueur de rupture	Pliage	Déchirure	Eclatement	Porosité	Degré Schopper-Riegler	Durée d'écoulement
<u>SORGHO - Indice de cuisson 3,27</u>										
<u>Pâte écrue :</u>										
0	63	1,00	158	6.430	36	75	4,1	50	31	7,6
5	65	1,00	154	6.500	168	80	4,3	65	32	8,5
120	66	1,00	156	7.510	206	70	4,6	80	40,5	13,4
180	64	0,90	140	7.650	14	61	4,8	55	45,5	13
<u>Pâte blanchie :</u>										
5	64		125	6.400	23	23	4,3	50	31	8,4
120	65		123	7.300	34	34	4,8	105	39,5	12,1

Raffinage	Poids au m ²	Epaisseur	Main	Longueur de rupture	Pliage	Déchirure	Eclatement	Porosité	Degré Schopper-Riegler	Durée d'écoulement
<u>BAGASSE - Indice de cuisson 3,86</u>										
<u>Pâte écrue :</u>										
0	67	1,00	149	5.320	27	63	3,4	77	22	5
5	64	0,90	140	5.350	30	59	3,2	82	22	5,1
120	65	0,90	138	5.900	20	56	3,6	150	28,5	6,3
180	65	0,85	130	5.870	58	54	3,7	213	31	7
<u>Pâte blanchie :</u>										
5	65		131	4.860	52	58	3,3	105	25,5	7
120	65		131	5.600	24	57	3,4	180	29,5	7,6

Essais de blanchiment : Nous ne donnerons pas ici de précisions sur le mode opératoire de ces blanchiments. Notons seulement qu'ils comportent une chloration par le chlore gazeux, suivie d'un traitement sodique, et enfin un blanchiment à l'hypochlorite. La méthode utilisée était conforme aux conditions de blanchiment en usine.

Les résultats nous ont confirmé la grande aptitude au blanchiment de nos pâtes. Nous avons effectué également quelques essais de laboratoire en utilisant l'eau de javel seule et nous en donnons ci-joint les résultats.

Il ne semble pas d'ailleurs qu'il y ait urgence à approfondir cette question qui est somme toute secondaire pour l'instant et ne paraît pas poser de problèmes délicats.

Ces essais de blanchiment ont confirmé les résultats que nous avons obtenus précédemment sur les pâtes préparées au Laboratoire. La consommation en chlore est relativement faible, elle est inférieure à 5 %

Pâte déjà chlorosodée (1) :	I	Pâtes écorues II	III
une phase Cl introduit 3 % Cl consommé 1,62 % consommation totale : 4,6 % Cl Rendement par rapport à la pâte écorue anhydre : 89,4 %	deux phases Cl consommé 1°- 3,9 % (24 h.) 2°- 3,5 % (15 h.) 7,4 % 89,2 %	deux phases 1°- Cl introduit 3 % Cl consommé 1,72 % (2h.30) 2°- 0,75 % (15 h.) 2,47 % 96,4 %	deux phases 1°- 0,75 % (3 h.) 2°- Cl introduit 1,51 % Cl consommé 1,12 % (6 h.) 2,87 % 93 %

Blanchiment	Poids au m ²	Rupture	Eclatement	Pliage	Déchirure	Degré Pulfrich
Sur pâte déjà chlorosodée	51	3330	29	28	29	85
I	51	2610	21	27	23	77
II	58	2530	18	26	26	80
III	64	3880	22	26	28	66

TIRAGE DU PAPIER SUR MACHINE

Nous avons adressé à l'Ecole Française de Papeterie environ 200 Kg. de chacune des pâtes préparées à la Cellulose du Pin. Malheureusement, ces pâtes n'avaient pu, comme nous l'avons dit précédemment, être complètement lavées. Il en est résulté qu'à leur arrivée à Grenoble, elles étaient déjà en voie de fermentation assez avancée; la température relevée à l'intérieur de celles-ci atteignait jusqu'à 40 à 50°.

a) Epuration-lavage.-

Ces pâtes ont donc été aussitôt lavées en pile défibreuse-laveuse; comme elles n'étaient pas défibrées, elles ont été affleurées très légèrement afin de dissocier leurs fibres sans risquer d'altérer celles-ci ni de trop diviser les impuretés qui les accompagnaient.

Il faut noter en effet que ces pâtes contenaient une assez grosse proportion de copeaux de pin maritime; ces copeaux n'avaient probablement pas pu être évacués des trémies et des lessiveurs avant la mise en route des essais; il en est résulté qu'opérant pendant une durée et avec des températures inférieures à celles que l'on doit utiliser dans la cuisson du pin par la lessive au sulfate, ces copeaux étaient insuffisamment cuits et de nature à donner de nombreuses buchettes dans la pâte. Il a été possible d'en éliminer une grande partie, mais non la totalité, ce qui explique pourquoi le papier obtenu contient plus de buchettes que ceux obtenus au laboratoire.

La durée moyenne de ce lavage-défibrage a été de 2 heures. Toutes les demi-heures, des prélèvements ont été effectués afin d'évaluer les pertes dans les eaux de lavage.

L'intégration des résultats obtenus a donné une perte moyenne de :
Sorgho : 3 %
Bagasse : 7 %

(1) - C'est-à-dire, pâte ayant déjà subi les deux phases du blanchiment indiqué ci-dessus.

dans l'un et l'autre essai. Le sorgho a donné une pâte grisâtre qu'il n'a pas été possible de blanchir parfaitement.

Nous donnons ci-dessous les résultats de ces blanchiments :

BLANCHIMENT DES PÂTES DE BAGASSE

L'opération a été conduite en trois temps :

1°- Chloration : par le chlore gazeux

2°- Sodation : à la température ordinaire

3°- Blanchiment à l'hypochlorite en milieu alcalin à 35°.

Les consommations de réactifs se répartissent comme suit :

1°- % de chlore fixé :

- déterminé dans les eaux de lavage après chloration 2,2 %

- déterminé dans les eaux de lavage après sodation 0,82 %

Soit au total 3,02 %

2°- % de soude détruite 1,8 % (sodation)

3°- % d'hypochlorite consommé 5,2 %, soit en chlore 1,7 %

% de soude 0,8 % (blanchiment)

Teinte de la pâte après blanchiment : blanc.

Dépense de réactif sur pâte blanchie à 100 % de siccité

Cl	actif	gaz 3 %	{	total 4,7 % =====
		hypochlorite 1,7 %		

Na OH	2,6 %
-------	-------

BLANCHIMENT DES PÂTES DE SORGHO

Même processus que pour les pâtes de bagasse : le blanchiment à l'hypochlorite a été effectué en 2 phases :

1°- % de chlore fixé :

- déterminé dans les eaux de lavage après chloration 1,76 %

- déterminé dans les eaux de lavage après sodation 0,64 %

Soit au total 2,4 %

2°- % de soude détruite 1,75 % (sodation)

3°- % d'hypochlorite 6,3 % soit en chlore 2,1 %

% de soude 1,1 % (blanchiment)

Teinte de la pâte après blanchiment : blanc grisâtre.

Dépense de réactif sur la pâte blanchie à 100 % de siccité

Cl	actif	gaz 2,4 %	{	total 4,5 % =====
		hypochlorite 2,1 %		

Na OH	2,85 %
-------	--------

L'examen microscopique des produits récupérés sur le filtre montre qu'ils sont formés principalement par des cellules et des débris de cellules parenchymateuses, scléreuses et épidermiques, accompagnées de fibres fines ou sectionnées.

Ces pâtes ont été traitées ensuite à l'épurateur Lamort (fentes de 6/10 mm.) afin d'éliminer la majorité des impuretés volumineuses (incuits, copeaux de bois, etc ...) puis tirées à l'état de rouleaux humides sur la presse coucheuse de la machine.

La pâte ainsi obtenue n'a plus donné par la suite de signe d'altération sensible.

b) Raffinage.-

Les fibres de ces végétaux étant très courtes par nature, il ne serait pas recommandable de faire subir à la pâte un fort engraissement. Le traitement en pile raffineuse a consisté surtout en un affleurage plus ou moins prolongé afin de ménager les fibres. Nous indiquons ci-dessous les degrés Schopper-Riegler et les concentrations de la pâte :

	Piles	Concentration de travail	Degré Schopper (1)
SORGHO	I	4,5 %	57
	2	4,3 %	69
	3	4 %	62
BAGASSE	I	4,4 %	54
	2	3,9 %	63

Toutes les pâtes ont été tirées à l'état pur sans aucune addition d'autres matières fibreuses, ce qui permet de se faire une idée plus exacte de la valeur de la matière première étudiée. Plutôt que de faire des mélanges, il nous a été conseillé de comparer les caractéristiques physiques des papiers obtenus avec celles d'un certain nombre d'échantillons de papiers préparés au Laboratoire à l'aide de pâtes bien connues.

Il n'a malheureusement pas été possible de procéder au blanchiment de ces pâtes, la pile utilisée étant en bronze.

c) Collage.-

Toutes les piles ont été collées avec 2 % de résine, sauf la pile de sorgho n° I. Dans chacune de ces piles, le pH des eaux blanches a été ensuite porté à 5 par addition de la quantité d'alumine nécessaire. Nous avons indiqué précédemment que les papiers obtenus avec la pâte brute présentent un léger collage naturel; dans la pratique, ce collage est cependant tout à fait insuffisant.

d) Tirage du papier et calandrage.-

Pour chaque fabrication, nous avons fait varier le poids au mètre carré dans d'assez larges limites (120 à 30 gr. m²); nous aurions pu descendre à des poids inférieurs à 30 gr. m², probablement jusqu'aux environs de 20 gr. m², si l'état de l'habillage de la machine nous l'avait permis. La vitesse de la machine était de 6 m. minutes pour les poids maxima et de 10 à 15 m. min. pour les poids les plus faibles. Nous avons enregistré d'assez nombreuses ruptures de la feuille, mais celles-ci étaient dues en général à l'habillage de la machine.

Le calandrage a été effectué à faible pression et accompagné de prélèvements d'échantillons de différents poids avant et après le calandrage.

(1) - Ces degrés SR correspondent aux mesures effectuées sur la pâte prélevée en tête de machine après l'épurateur.

BAGASSE (Pile I)

NATURE DES ESSAIS	A	A'	B	B'	C	C'
Poids au m ² brut	29,3	30,9	48,6	50,1	72,1	81,9
Poids au m ² abs. sec.	<u>27,2</u>	<u>28,8</u>	<u>45,5</u>	<u>46,8</u>	<u>67,4</u>	<u>76,5</u>
Humidité, %	7,2	6,6	6,5	6,6	6,5	6,6
Cendres % sur papier abs. sec.	1,2	-	1,2	-	1,2	-
Longueur de rupture (S.M. sur papier brut:	4641	4854	5624	4790	5788	5681
(S.T.	3230	3020	4060	3486	3347	3931
(Moy.	<u>3935</u>	<u>3937</u>	<u>4842</u>	<u>4138</u>	<u>4567</u>	<u>4806</u>
Longueur de rupture (S.M. sur papier abs. sec.	5000	5208	6007	5128	6191	6082
(S.T.	3480	3240	4336	3732	3580	4209
(Moy.	<u>4240</u>	<u>4224</u>	<u>5171</u>	<u>4430</u>	<u>4885</u>	<u>5145</u>
Indice d'éclatement sur						
- papier brut	21,5	20,7	23,8	21,3	24,2	24,4
- papier abs. sec.	<u>23,1</u>	<u>22,2</u>	<u>25,4</u>	<u>22,8</u>	<u>25,9</u>	<u>26,1</u>
Porosité C.G.S. sur						
- papier brut	0,22	0,12	0,22	0,15	0,21	0,12
- papier abs. sec.	0,21	0,11	0,20	0,14	0,19	0,11
Degré de collage CARSON sur						
- papier brut	48	52	62	64	75	77
- papier abs. sec.	56	60	70	73	86	88
Nombre de double-plis (S.M. (essayer L'HOMME & AR-GY)	14	12	37	25	41	66
(S.T.	5	7	10	11	23	34
(Moy.	<u>9</u>	<u>9</u>	<u>23</u>	<u>18</u>	<u>32</u>	<u>50</u>
Indice de déchirure (S.M. (AFNOR)	15,7	14,9	26,0	24,4	38,6	44,0
(S.T.	15,3	14,9	26,0	23,6	38,6	47,2
(Moy.	<u>15,5</u>	<u>14,9</u>	<u>26,0</u>	<u>24,0</u>	<u>38,6</u>	<u>45,6</u>
Epaisseur (en millièmes m/m)	47,7	39,1	73,9	59,2	102,5	90,4
Main sur						
- papier brut	1,62	1,26	1,52	1,18	1,42	1,10
- papier abs. sec.	1,75	1,35	1,62	1,26	1,52	1,18

BAGASSE (Pile 2)

NATURE DES ESSAIS	A	A'	B	B'	C	C'
Poids du m ² brut	35,1	40,7	56,0	54,9	100,8	105,7
Poids au m ² abs. sec	<u>32,8</u>	<u>38,0</u>	<u>52,3</u>	<u>51,3</u>	<u>94,2</u>	<u>99,1</u>
Humidité, %	6,74	6,58	6,60	6,60	6,62	6,23
Cendres % sur papier abs. sec	1,30	-	1,33	-	1,44	-
Longueur de rupture sur papier brut (S.M.)	5868	6109	5190	5939	6521	6433
(S.T.)	4064	4176	3750	3291	4133	4213
(Moy.)	<u>4966</u>	<u>5142</u>	<u>4470</u>	<u>4615</u>	<u>5327</u>	<u>5323</u>
Longueur de rupture sur papier absolument sec (S.M.)	6280	6543	5557	6354	6978	6861
(S.T.)	4349	4473	4015	3521	4423	4493
(Moy.)	<u>5314</u>	<u>5508</u>	<u>4786</u>	<u>4937</u>	<u>5700</u>	<u>5677</u>
Indice d'éclatement sur						
- papier brut	23,3	24,5	22,8	21,6	26,2	26,9
- papier abs. sec	<u>25,0</u>	<u>26,3</u>	<u>24,4</u>	<u>23,1</u>	<u>28,1</u>	<u>28,7</u>
Porosité C.G.S. sur						
- papier brut	0,10	0,045	0,082	0,053	0,057	0,045
- papier abs. sec	0,09	0,042	0,077	0,050	0,053	0,042
Degré de collage CARSON sur						
- papier brut	56	57	50	53	62	53
- papier abs. sec	65	65	57	61	70	61
Nombre de double-plis (S.M.)	24	26	47	49	124	140
(essayeur LHOMME & ARGY) (S.T.)	8	11	17	19	115	121
(Moy.)	<u>16</u>	<u>18</u>	<u>32</u>	<u>34</u>	<u>119</u>	<u>130</u>
Indice de déchirure (S.M.)	16	17,2	25,0	20,4	58,6	45,0
(A.F.N.O.R.) (S.T.)	15,5	18,2	25,0	24,0	54,4	56,4
(Moy.)	<u>16,25</u>	<u>17,7</u>	<u>25,0</u>	<u>22,2</u>	<u>56,5</u>	<u>50,7</u>
Epaisseur (en millièmes m/m)	53,3	46,9	79,1	65,0	129,9	109,7
Main sur						
- papier brut	1,51	1,15	1,41	1,18	1,28	1,03
- papier abs. sec	<u>1,62</u>	<u>1,23</u>	<u>1,51</u>	<u>1,26</u>	<u>1,37</u>	<u>1,10</u>

S O R G H O (Pile I)

NATURE DES ESSAIS		A	A'	B	B'
Poids au m ² brut		46,1	46,9	96,9	109,6
Poids au m ² abs. sec		<u>43,3</u>	<u>44,0</u>	<u>90,8</u>	<u>101,5</u>
Humidité, %		6,15	6,14	6,26	7,32
Cendres % sur papier abs. sec		1,77	-	2,09	-
Longueur de rupture sur papier brut	(S.M.)	6420	6311	7155	7177
	(S.T.)	3991	4605	4850	4878
	(Moy.)	<u>5205</u>	<u>5458</u>	<u>6002</u>	<u>6027</u>
Longueur de rupture sur papier abs. sec	(S.M.)	6836	6666	7635	7750
	(S.T.)	4249	4909	5176	5267
	(Moy.)	<u>5542</u>	<u>5837</u>	<u>6405</u>	<u>6508</u>
Indice d'éclatement sur					
- papier brut		34,2	29,8	33,1	33,7
- papier abs. sec		<u>36,4</u>	<u>31,8</u>	<u>35,3</u>	<u>36,4</u>
Porosité C.G.S. sur					
- papier brut		0,27	0,15	0,40	0,19
- papier abs. sec		0,26	0,14	0,37	0,18
Degré de collage CARSON sur					
- papier brut		14	12	5	5
- papier abs. sec		16	13	6	6
Nombre de double-plis (essayeur LHOMME & ARGY)	(S.M.)	95	91	180	232
	(S.T.)	40	32	115	369
	(Moy.)	<u>67</u>	<u>61</u>	<u>147</u>	<u>300</u>
Indice de déchirure (A.F.N.O.R.)	(S.M.)	26	25,4	61,7	76,0
	(S.T.)	25,6	23,3	60,4	74,0
	(Moy.)	<u>25,8</u>	<u>24,3</u>	<u>61,0</u>	<u>75,0</u>
Epaisseur (en millièmes m/m)		78,7	64,8	143,9	128,2
Main sur					
- papier brut		1,70	1,38	1,48	1,16
- sur papier abs. sec		<u>1,81</u>	<u>1,47</u>	<u>1,58</u>	<u>1,26</u>

S O R G H O (Pile 2)

NATURE DES ESSAIS	A	A'	B	B'	C	C'
Poids au m ² brut	50,0	70,1	62,5	62,6	98,6	96,7
Poids au m ² abs. sec	<u>47,1</u>	<u>65,9</u>	<u>58,8</u>	<u>58,9</u>	<u>92,3</u>	<u>91,0</u>
Humidité, %	5,93	5,94	5,91	5,86	6,37	5,91
Cendres % sur papier abs. sec	2,36	-	2,25	-	2,52	-
Longueur de ruoture sur papier brut	(S.M. 6853 S.T. 5000 Moy. <u>5926</u>)	(S.M. 7180 S.T. 4802 Moy. <u>5991</u>)	(S.M. 6901 S.T. 4064 Moy. <u>5482</u>)	(S.M. 6453 S.T. 5197 Moy. <u>5825</u>)	(S.M. 7910 S.T. 4313 Moy. <u>6111</u>)	(S.M. 7032 S.T. 3743 Moy. <u>5387</u>)
Longueur de rupture sur papier abs. sec	(S.M. 7275 S.T. 5307 Moy. <u>6291</u>)	(S.M. 7637 S.T. 5108 Moy. <u>6372</u>)	(S.M. 7335 S.T. 4319 Moy. <u>5827</u>)	(S.M. 6859 S.T. 5523 Moy. <u>6191</u>)	(S.M. 8450 S.T. 4608 Moy. <u>6529</u>)	(S.M. 7472 S.T. 3978 Moy. <u>6725</u>)
Indice d'éclatement sur						
- papier brut	33,4	31,5	32,0	29,3	31,6	29,5
- papier abs. sec	<u>35,4</u>	<u>33,5</u>	<u>34,0</u>	<u>31,2</u>	<u>33,8</u>	<u>31,4</u>
Porosité C.G.S. sur						
- papier brut	0,084	0,058	0,089	0,074	0,10	0,075
- papier abs. sec	0,079	0,054	0,084	0,069	0,098	0,071
Degré de collage CARSON sur						
- papier brut	104	102	78	67	73	80
- papier abs. sec	117	115	88	75	83	90
Nombre de double-plis (essayeur LHOMME & ARGY)	(S.M. 84 S.T. 48 Moy. <u>66</u>)	(S.M. 100 S.T. 93 Moy. <u>96</u>)	(S.M. 93 S.T. 98 Moy. <u>95</u>)	(S.M. 90 S.T. 58 Moy. <u>74</u>)	(S.M. 203 S.T. 72 Moy. <u>137</u>)	(S.M. 233 S.T. 55 Moy. <u>144</u>)
Indice de déchirure (A.F.N.O.R.)	(S.M. 25 S.T. 26,4 Moy. <u>25,7</u>)	(S.M. 34,0 S.T. 38,0 Moy. <u>36,0</u>)	(S.M. 31,2 S.T. 29,9 Moy. <u>30,5</u>)	(S.M. 30,5 S.T. 29,0 Moy. <u>29,7</u>)	(S.M. 56,0 S.T. 54,5 Moy. <u>55,2</u>)	(S.M. 51,2 S.T. 52,8 Moy. <u>52,0</u>)
Epaisseur (en millièmes m/m)	69,7	77,4	87,9	70,9	128,5	103,6
Main sur						
- papier brut	1,39	1,10	1,40	1,13	1,30	1,07
- papier abs. sec	1,47	1,17	1,49	1,20	1,39	1,13

S O R G H O (Pile 3)

NATURE DES ESSAIS	A	A'	B	B'	C	C'
Poids au m ² brut	33,4	38,7	41,0	39,7	42,6	43,7
Poids au m ² abs. sec	<u>31,6</u>	<u>36,6</u>	<u>38,7</u>	<u>37,4</u>	<u>40,2</u>	<u>41,3</u>
Humidité, %	5,54	5,56	5,53	5,64	5,63	5,64
Cendres % sur papier abs. sec	1,98	-	2,17	-	2,20	-
Longueur de rupture sur papier brut	(S.M. 7305 S.T. 4231 Moy. <u>5768</u>)	(S.M. 6132 S.T. 3910 Moy. <u>5021</u>)	(7463 4552 <u>6007</u>)	(6246 4315 <u>5280</u>)	(7417 4741 <u>6079</u>)	(6270 4180 <u>5225</u>)
Longueur de rupture sur papier abs. sec	(S.M. 7721 S.T. 4472 Moy. <u>6096</u>)	(6484 4134 <u>5309</u>)	(7906 4823 <u>6364</u>)	(6631 4581 <u>5606</u>)	(7860 5024 <u>6442</u>)	(6634 4422 <u>5528</u>)
Indice d'éclatement sur						
- papier brut	29,3	27,6	28,5	25,6	31,9	27,9
- papier abs. sec	<u>31,0</u>	<u>29,2</u>	<u>30,2</u>	<u>27,2</u>	<u>33,8</u>	<u>29,5</u>
Porosité C.G.S. sur						
- papier brut	0,23	0,19	0,21	0,15	0,19	0,13
- papier abs. sec	0,22	0,17	0,20	0,14	0,17	0,12
Degré de collage CARSON sur						
- papier brut	62	66	62	65	63	63
- papier abs. sec	70	74	70	73	71	70
Nombre de double-plis (essayeur LHOMME & ARGY)	(S.M. 28 S.T. 8 Moy. <u>18</u>)	(30 10 <u>20</u>)	(53 13 <u>33</u>)	(56 12 <u>34</u>)	(47 14 <u>30</u>)	(57 19 <u>38</u>)
Indice de déchirure (A.F.N.O.R.)	(S.M. 13,3 S.T. 16,0 Moy. <u>14,6</u>)	(15,4 16,0 <u>15,7</u>)	(17,9 17,6 <u>17,7</u>)	(15,1 16,1 <u>15,6</u>)	(19,5 22,1 <u>20,8</u>)	(22,4 21,1 <u>21,7</u>)
Epaisseur (en millièmes m/m)	53,0	46,5	62,9	48,6	67,2	54,7
Main sur						
- papier brut	1,58	1,20	1,53	1,22	1,57	1,25
- papier abs. sec	<u>1,67</u>	<u>1,27</u>	<u>1,62</u>	<u>1,29</u>	<u>1,67</u>	<u>1,32</u>

A titre de comparaison, des feuilles d'essais ont été tirées sur formette de laboratoire à partir des pâtes prélevées en tête de machine après épurateur. Les caractéristiques physiques de ces feuilles sont données dans le tableau ci-après :

NATURE DES ESSAIS	Sorgho			Bagasse	
	I	2	3	4	5
Poids au m ² brut	76,6	69,5	73,5	73,3	77,3
Poids au m ² absolument sec	<u>70,5</u>	<u>64,1</u>	<u>67,7</u>	<u>67,4</u>	<u>70,4</u>
Humidité, %	7,8	7,8	7,8	8,1	8,8
Longueur de rupture sur papier brut	<u>5718</u>	<u>5956</u>	<u>6031</u>	<u>3919</u>	<u>4959</u>
Longueur de rupture sur papier absolument sec	<u>6212</u>	<u>6458</u>	<u>6548</u>	<u>4263</u>	<u>5445</u>
Indice d'éclatement sur					
- papier brut	35,9	34,8	36,4	22,7	28,7
- absolument sec	<u>39,0</u>	<u>37,7</u>	<u>39,5</u>	<u>24,7</u>	<u>31,5</u>
Porosité C.G.S. sur					
- papier brut	0,10	0,039	0,050	0,19	0,013
- papier absolument sec	0,09	0,036	0,046	0,18	0,012
Nombre de double-plis (essayeur LHOMME & ARGY)	<u>225</u>	<u>227</u>	<u>201</u>	<u>32</u>	<u>83</u>
Indice de déchirure AFNOR	<u>45,2</u>	<u>33,3</u>	<u>40</u>	<u>40</u>	<u>34,6</u>
Epaisseur (en millièmes de m/m)	110,2	91,7	92,1	92,8	88,4
Main sur					
- papier brut	1,43	1,31	1,25	1,26	1,14
- papier absolument sec	<u>1,56</u>	<u>1,43</u>	<u>1,36</u>	<u>1,37</u>	<u>1,25</u>

un deuxième chargement du lessiveur après tassement, solution qui n'est d'ailleurs pas à exclure mais qui entraîne un allongement assez important du temps de cuisson et risque d'entraîner des irrégularités de cuisson (1).

Dans nos essais, tant au laboratoire qu'en usine, le volume occupé par la matière première diminue d'environ moitié au cours de la cuisson; pour les sorghos comme pour les bagasses, nous avons opéré dans des lessiveurs rotatifs; la chute de la masse de pâte à chaque rotation constitue un risque d'usure rapide des appareils. Il est pourtant utile si l'on veut avoir une pâte homogène de prévoir un dispositif permettant de réaliser tout au moins au début de la cuisson un brassage du mélange solide liquide.

Nous n'avons pu malheureusement déterminer le rendement de notre fabrication (2). On peut cependant se baser sur les chiffres obtenus dans le lessiveur de laboratoire en considérant évidemment qu'il s'agit de maximums difficiles à atteindre dans l'industrie.

Pâte écrue anhydre : sorgho 65 %
bagasse 55 %

en tenant compte des pertes au lavage (sorgho 3 %, bagasse 7 %) et des rendements obtenus au blanchiment (90 %) on arrive à des rendements en pâte blanchie de :

55,4 % pour les sorghos
43,2 % pour les bagasses

Ce dernier chiffre paraît légèrement inférieur à celui obtenu par le procédé Pomilio (45,2 %) ; il n'y a cependant que peu de différence entre le procédé Pomilio, et le traitement sodique que nous avons utilisé qui, pour le blanchiment, est suivi d'un traitement au chlore gazeux, d'une sodation, et d'un traitement à l'hypochlorite.

Nous voyons que tous calculs faits, le rendement dans l'essai de sorgho dépasse de beaucoup celui obtenu dans l'essai de bagasse. Ces résultats doivent être attribués ici encore au fait que la cuisson des bagasses a été effectuée sous pression, et c'est bien la raison pour laquelle nous avons essayé d'éviter l'emploi de la pression dans nos essais de laboratoire. Il serait peut-être possible cependant d'éviter l'emploi de la pression, puisque nous n'avons pas à envisager l'hypothèse de dépotage dans des diffuseurs.

Pour cette raison, il serait conseillable d'envisager l'emploi d'un procédé continu dans lequel le traitement par la lessive sodique se pratiquerait dans une tour (type tour Pomilio), ce qui aurait en outre l'avantage de supprimer les lessiveurs.

En effet, en tenant compte des tassements, les lessiveurs de 35 m³ que nous avons utilisés pourraient contenir au maximum :

2,6 t. de sorgho anhydre
3,5 t. de bagasse anhydre

ce qui donnerait, en pâte blanchie anhydre, moins d'une tonne et demie de pâte par lessiveur.

Pour les sorghos, le rendement indiqué constitue certainement une limite supérieure qu'il ne serait pas possible d'atteindre dans une fabrication industrielle.

Notons que pour les sorghos, les essais ont été effectués avec des sorghos français. On envisage de reprendre d'autres essais avec des sorghos africains. Il est probable qu'une difficulté nouvelle se présentera; c'est la très importante proportion de sable qui se trouve à la base des tiges dans l'intérieur même

(1) - A l'usine, nous n'avons pu procéder à un second chargement, ces opérations auraient trop retardé la mise en route des fabrications des pâtes Kraft.

(2) - La pâte, après prélèvement des échantillons destinés à l'Ecole Française de Papeterie, a dû en effet être introduite dans le circuit de fabrication de la pâte Kraft.

CONCLUSIONS

Les résultats des essais pour les sorghos comme pour les bagasses ont été satisfaisants; pour l'une et l'autre de ces matières, nous avons obtenu un papier d'un assez bel aspect, contenant malheureusement une quantité assez importante de buchettes dues aux copeaux de pins que l'on n'avait pas réussi à éliminer de la pâte.

1°- Sorgho.-

La cuisson des sorghos à 100° est certainement réalisable industriellement. La consommation de réactif étant très faible, il ne serait pas nécessaire d'envisager une récupération de la soude dans les liqueurs noires.

Le problème du découpage ne semble pas poser de difficultés à condition que la pâte après lavage soit aussitôt traitée dans une pile raffineuse; on ne pourrait envisager de placer l'épuration avant le passage dans la pile comme dans le traitement des pâtes de pins, car la pâte insuffisamment défibrée colmate les appareils.

Dès que la pâte est soumise à un léger raffinage, les caractéristiques physiques des papiers de sorgho sont très satisfaisantes, car il ne faut pas oublier en effet que nous avons affaire à des fibres courtes. Les papiers obtenus au laboratoire possèdent du carteur et sont déjà partiellement collés par eux-mêmes; ils donneraient certainement d'excellents résultats pour l'impression.

2°- Bagasses.-

Les résultats ont été beaucoup moins satisfaisants.

D'une part, la consommation en soude atteint 13 à 14 % par rapport à la bagasse sèche. Dans ces conditions, une récupération paraît être à envisager; on se heurte alors au fait que la cuisson ne peut être réalisée qu'à une forte dilution (800 %) ce qui entraînerait des dépenses en calories considérables pour la concentration des lessives; il semble cependant qu'avec les appareils à multiples effets, le problème ne soit pas insoluble.

D'autre part, les papiers obtenus en laboratoire sont de moins bonne qualité. Nous insistons cependant sur le fait que les essais sur machine ne nous ont pas conduits aux mêmes conclusions.

Dans ces deux fabrications, nous n'avons pas rencontré de difficultés vraiment sérieuses, si ce n'est dans le lavage en diffuseurs; cela n'a fait d'ailleurs que confirmer que ce mode de lavage n'est absolument pas applicable à ces pâtes. Il faudrait adopter un moyen de lavage différent : (par exemple : lavage sur filtre rotatif ou à contre-courant dans un appareil à vis sans fin). Ce lavage serait certainement réalisable, même sans élimination de moëlle, car le problème est résolu pour les pailles et ne présente pas de difficulté si on ne récupère pas les lessives; des essais effectués aux papeteries de Navarre (1) semblent confirmer ces résultats; il est à craindre cependant que les très faibles rendements obtenus dans ces essais ne laisse supposer la destruction quasi-totale de la moëlle.

La cuisson ne présente pas de difficulté en elle-même et a l'avantage d'être relativement courte. Dans la pratique, on se heurterait cependant à un gros inconvénient, c'est, d'une part, le faible coefficient de tassement, et d'autre part, la difficulté de mouillabilité de ces végétaux. De ce fait, un lessiveur est rapidement rempli; si le végétal se laissait rapidement pénétrer par le liquide, on pourrait songer à faire

(1) - Ces essais ont été effectués par le procédé Thiriéna qui est un procédé continu dans lequel la lessive sodique agit d'une façon méthodique sur le végétal; elle est introduite à contre-courant dans le circuit de fabrication.

de celle-ci. Il serait recommandable d'effectuer si possible ces essais dans une usine travaillant sur les pâtes de paille afin de pouvoir effectuer toutes les opérations l'une à la suite de l'autre, ce qui permettrait de déterminer le rendement avec plus de certitude.

Les essais que les Papeteries de Navarre (Usine de Voiron) avaient entrepris en 1941 avaient donné en effet des rendements qui ne permettaient d'envisager en aucune manière une étude plus approfondie de la question (Rendement en pâte écrue 24,7 %; en pâte blanchie 18,4 %).

Il est vrai :

1°- qu'il s'agissait d'un mélange maïs/sorgho (environ 50 % de chaque) et que les maïs donnent déjà dans les mêmes conditions des rendements plus faibles.

2°- que le procédé utilisé (Thirianna) est de nature à détruire la quasi totalité des hémicelluloses et à éliminer probablement presque toute la moëlle.

La concentration de la lessive au départ étant manifestement trop élevée (15 %) et le traitement se poursuivant pendant une cinquantaine d'heures, rien d'étonnant à ce que les pertes au lavage aient été considérables - celui-ci n'a pas présenté de difficultés spéciales -, et que la consommation en chlore se soit abaissée à 3,4 %.

On peut constater au contraire que dans les pâtes préparées à Facture, on retrouve une grande quantité de pentosanes et même un certain pourcentage de lignine; ceci ne constitue pas cependant un inconvénient notable; nous ne cherchons pas à faire des celluloses pour rayonne ou des cotons-poudres, et nous obtenons une pâte écrue suffisamment désincrustée et même facile à blanchir.

Analyse chimique des pâtes

	Sorgho	Bagasse
Graisse	1,01	0,56
Lignine	7,60	5,60
Pentosanes	25,6	25,9
α cellulose	79,5	81,3
Indice de cu	2,12	1,71
Viscosité Cupro-ammoniacale (η_{20})	0,833	0,381

On voit par la viscosité cupro-ammoniacale que la pâte de sorgho contient plus d'impuretés que celle de bagasse, le traitement chimique ayant été moins poussé.

Comme nous l'avons dit plus haut, nous avons tiré des papiers de différents poids. Papier de sorgho et papier de bagasse se ressemblent beaucoup; le papier de bagasse laisse supposer une plus grande souplesse de la fibre, ce qui pourrait provenir du fait que la désincrustation a été plus poussée pour les bagasses.

Ni l'un ni l'autre de ces papiers ne pourraient trouver d'usage pour des poids au m² élevés, si on n'incorporait à la pâte quelques fibres longues; ils sont en effet beaucoup trop cassants; par contre, à de faibles grammages, on obtient un papier de pliage de bonne qualité; la longueur de rupture dépasse 6.000 m. pour les sorghos et atteint 5.500 m. pour les bagasses; la déchirure est évidemment faible, mais son importance est moins grande que pour l'emballage. On ne pourrait envisager l'emploi de ces papiers pour le gros emballage si les pâtes n'étaient additionnées au préalable de fibres plus longues.

Pour l'écriture, il est à craindre qu'on ne puisse réaliser une épuration suffisamment complète de la pâte, ces impuretés n'étant pas assez lourdes en effet pour se déposer dans les sabliers. Par contre, pour l'impression, il serait certainement possible d'obtenir de bons résultats; la pâte à l'état pur donne du

papier déjà très supérieur à bien des papiers utilisés actuellement dans l'impression courante; seul le prix de revient serait ici à examiner. Il faut noter d'ailleurs que les hauts rendements obtenus et les faibles consommations en réactif permettent de supposer qu'il sera assez bas.

CONCLUSION

Les résultats que nous avons obtenus dans les essais semi-industriels montrant que l'étude du problème de l'utilisation de ces plantes tropicales devrait être activement poursuivie.

Nous avons mentionné dans notre introduction les difficultés auxquelles on se heurtera aux Colonies dans l'installation de petites usines destinées à la fabrication de la pâte. Il y aura toute une organisation nouvelle à créer pour réaliser une culture plus rationnelle du sorgho et pour permettre un ramassage méthodique des tiges. La question du transport de ces tiges vers les centres où elles subiront les traitements chimiques serait également à examiner. Il y a là un problème qu'il faut résoudre sur place, qui n'est pas de notre ressort et auquel on devrait s'atteler dès maintenant. Des 3 matières premières que nous avons eu à étudier, le sorgho est incontestablement celle qui permettrait d'obtenir les meilleurs papiers avec les traitements les plus simples. D'ailleurs, l'appoint en pâte à papier qu'apporterait l'emploi du sorgho est loin d'être négligeable puisque nous avons déjà dit précédemment que les Colonies pourraient fournir 4.800.000 tonnes de tiges sèches, ce qui permettrait donc d'obtenir plus de 2.000.000 de tonnes de pâte. On ne peut envisager dès maintenant la construction d'usine destinée à fournir la soude; celle-ci devrait donc être transportée. Nous rappelons d'ailleurs que l'emploi de la potasse donnant les mêmes résultats que la soude, il serait intéressant d'admettre son utilisation car elle permettrait de fournir au sol de la Colonie la potasse dont elle a justement fort besoin et qui lui sera d'autant plus nécessaire qu'il faudrait envisager l'augmentation du rendement des cultures.

En ce qui concerne les bagasses, on se trouve déjà plus près d'une solution du problème. Les bagasses étant utilisées comme combustible, il fallait d'abord songer à les remplacer. Des projets ont été élaborés pour augmenter la puissance des centrales de la Réunion, et l'usine destinée à mettre en valeur la chute de Takamaka devrait fournir une puissance maximum de 18.000 Kw. L'excédent de la production d'énergie électrique sur la consommation actuelle de l'île pourrait être utilisé par des usines telles qu'usines de cellulose, d'engrais, etc ...

Le nombre maximum d'hectares qui peuvent être destinés à la culture de la canne à sucre à la Réunion est estimé à 24.000 et en intensifiant le rendement - ce qui permettrait de passer de 40 à 50 tonnes à l'hectare - la production de canne à sucre devrait en 1948 atteindre 1.000.000 de tonnes donnant 100.000 tonnes de sucre et 300.000 tonnes de bagasses par an.

L'utilisation d'un procédé sodique devrait donc permettre d'obtenir 147 à 148.000 tonnes de pâte écrue ce qui représente environ 10 % de la consommation en pâte de la Métropole, si l'on se rapporte à l'année 1938. Ajoutons que Madagascar et les Comores fournissent également 100.000 tonnes de sucre de canne, ce qui devrait donner sensiblement une même quantité de bagasses (Nous ne tenons pas compte ici de la Guadeloupe qui ne fournit pour l'instant que 28.500 tonnes de sucre). Malgré cela, on serait obligé d'installer à la Réunion une usine qui aurait une activité saisonnière correspondant à peu près au temps de la campagne sucrière à moins qu'il ne soit possible d'envisager l'utilisation pendant le reste de l'année d'autres plantes susceptibles de fournir de la cellulose.

Que l'on utilise le procédé au sulfate ou le procédé Pomilio, la construction d'une soudeuse destinée à fournir la soude et le chlore nécessaires est à envisager; seule la question de l'approvisionnement en sel (et en soufre dans le cas du procédé au sulfate) se posera donc, puisque le problème de l'énergie électrique paraît être déjà plus ou moins résolu.

Une étude détaillée au point de vue économique s'imposerait cependant et il serait en particulier intéressant d'examiner si l'usage de la bagasse comme source d' α -cellulose, solution qui a déjà été adoptée, ne serait pas plus rémunératrice que son emploi dans la fabrication des pâtes à papier.

Échantillon	A'
Poids / au M ²	44
Longueur de rupture	5.837
Déchirure	24,3
Éclatement	31,8

Échantillon	A'/I
Poids au M ²	28,8
Longueur de rupture	4224
Déchirure	14,9
Éclatement	22,2

1	100	100	100
2	200	200	200
3	300	300	300
4	400	400	400
5	500	500	500
6	600	600	600
7	700	700	700
8	800	800	800
9	900	900	900
10	1000	1000	1000

TABLE DES MATIÈRES

- Avant - propos		9
- Introduction		11
- Chapitre I	- Précédents travaux effectués sur les plantes annuelles étudiées :	15
	- Bagasses	15
	- Maïs	19
	- Sorgho	21
- Chapitre II	- I) Examen microscopique des végétaux étudiés et des pâtes à papier	23
	Etude anatomique	23
	Examen microscopique et photomicroscopique des pâtes	25
	- II) Analyse immédiate des sorghos, bagasses et maïs	31
- Chapitre III	- Mode opératoire suivi dans les essais de papier	33
	- Choix des méthodes utilisées dans l'étude des pâtes	33
- Chapitre IV	- Essais de cuisson à la soude et par le procédé nitrosodique	39
- Chapitre V	- Fabrication de pâtes de sorghos coloniaux	47
	- Essais d'élimination de la moëlle	47
- Chapitre VI	- Préhydrolyse - Macération à l'eau de chaux	55
	- Essai d'hydrolyse et de préhydrolyse suivi d'un traitement alcalin	55
	- Traitement des sorghos par la vapeur d'eau sous pression	56
	- Cuisson à l'eau sous pression en autoclave	57
	- Essais de macération des bagasses dans l'eau de chaux	57
- Chapitre VII	- Essais semi-industriels de fabrication de pâtes à papier à partir de la bagasse et du sorgho.	61
	- Cuisson aux usines de Facture	63
	- Tirage du papier sur machine à l'Ecole Française de Papeterie	66
- Conclusion		78



DEUXIEME THÈSE

Propositions données par la Faculté

L'EFFET PEROXYDE

Vu et approuvé :

Paris, le 10 Décembre 1947

Le Doyen de la Faculté des Sciences,

J. CABANNES

Vu et permis d'imprimer :

Le Recteur de l'Académie de Paris,

J. SARRAILH

Achévé d'imprimer
le 5 Novembre 1948
sur les presses de
J. et R. SENNAC
Imprimeurs Éditeurs
54, Fg. Montmartre
PARIS (9^e)